

**This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

**Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.**

**Defects in the images may include (but are not limited to):**

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11035532 A**(43) Date of publication of application: **09 . 02 . 99**

(51) Int. Cl.

**C07C211/61**  
**C07C217/76**  
**C07C225/22**  
**C07D209/88**  
**C07D263/56**  
**C07D271/10**  
**C07D307/91**  
**C07D333/76**  
**C09K 11/06**  
**C09K 11/06**  
**H05B 33/14**  
**H05B 33/22**

(21) Application number: **10145179**(22) Date of filing: **12 . 05 . 98**(30) Priority: **19 . 05 . 97 JP 09142958**(71) Applicant: **CANON INC**

(72) Inventor: **SENOO AKIHIRO**  
**UENO KAZUNORI**  
**TOSHIDA YOSHI**  
**MASHITA SEIJI**

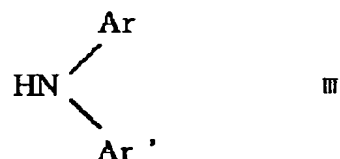
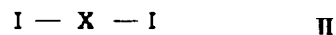
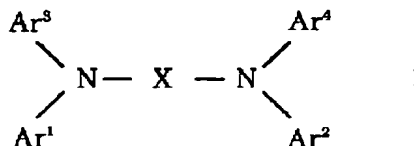
(54) **ORGANIC COMPOUND AND LIGHT EMISSION**  
**DEVICE USING THE SAME**

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a new compound useful for durable light emission devices capable of high-luminance light output.

**SOLUTION:** This new compound is an organic compound of formula I [X is a (substituted) arylene or heterocycle; Ar<sup>1</sup> to Ar<sup>4</sup> are each a (substituted) aryl containing two or more (substituted) fluorenyls, e.g. N,N,N',N'-tetra-[2-(9,9'-dimethylfluorenyl)]-2,7-diamino-9,9-dimethylfluorene. The compound of formula I is obtained by reaction of a compound of formula II such as 2-iodo-9,9-dimethylfluorene with a compound of formula III [Ar and Ar' are each a (substituted) fluorenyl or (substituted) aryl] such as 2,7-diamino-9,9-dimethylfluorene in the presence of a metal catalyst such as copper. This compound of formula I is useful for manufacturing the other objective light emission devices with diversified light emission wavelength exhibiting various light emission hue.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-35532

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月9日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 7 C 211/61

C 0 7 C 211/61

217/76

217/76

225/22

225/22

C 0 7 D 209/88

C 0 7 D 209/88

263/56

263/56

審査請求 未請求 請求項の数22 F D (全 50 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平10-145179

(22) 出願日 平成10年(1998) 5月12日

(31) 優先権主張番号 特願平9-142958

(32) 優先日 平 9 (1997) 5月19日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 妹尾 章弘

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 上野 和則

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 土志田 嘉

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 渡辺 徳廣

最終頁に続く

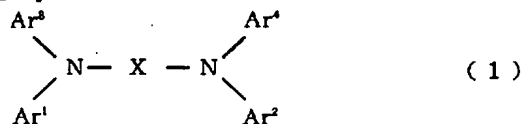
(54) 【発明の名称】 有機化合物及び該有機化合物を用いた発光素子

(57) 【要約】

【課題】 高輝度の光出力を有し、極めて耐久性のある発光素子を提供する。

【解決手段】 一対の電極間に有機化合物層を配して構成される発光素子であって、前記有機化合物層を下記一般式(1)で表わされる有機化合物を用いて構成した発光素子。

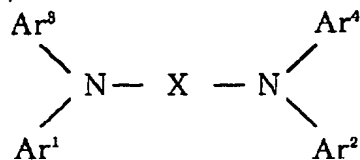
【化1】



(式中、Xは置換もしくは未置換のアリーレン基あるいは複素環基を表わし、Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>3</sup>、Ar<sup>4</sup>は置換もしくは無置換のアリール基を表わす。但し、Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>3</sup>、Ar<sup>4</sup>の少なくとも2つは置換もしくは無置換のフルオレニル基を表わす。)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(1)



(1)

(式中、Xは置換もしくは未置換のアリーレン基あるいは複素環基を表わし、Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>3</sup>、Ar<sup>4</sup>は置換もしくは無置換のアリール基を表わす。但し、Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>3</sup>、Ar<sup>4</sup>の少なくとも2つは置換もしくは無置換のフルオレニル基を表わす。)で表わされる有機化合物。

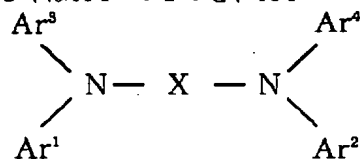
【請求項2】 前記アリーレン基は、フェニレン、ビフェニレン、ターフェニレン、ナフチレン、フルオレニレン、ピレニレン、スチルベンから選択される請求項1に記載の有機化合物。

【請求項3】 前記複素環基は、カルバゾール、ジベンゾフラン、ジベンゾチフフェン、フルオレノン、オキサゾール、オキサジアゾール、チアジアゾールの2価の基から選択される請求項1に記載の有機化合物。

【請求項4】 前記アリール基は、フェニル基あるいは多環芳香族基、芳香族複素環基から選択される請求項1に記載の有機化合物。

【請求項5】 前記置換は、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ニトロ基、シアノ基、アミノ基、アリール基、ヘテロ環基から選択される置換基によりなされる請求項1に記載の有機化合物。

【請求項6】 前記Ar<sup>1</sup>もしくはAr<sup>3</sup>の1つと、Ar



(1)

(式中、Xは置換もしくは未置換のアリーレン基あるいは複素環基を表わし、Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>3</sup>、Ar<sup>4</sup>は置換もしくは無置換のアリール基を表わす。但し、Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>3</sup>、Ar<sup>4</sup>の少なくとも2つは置換もしくは無置換のフルオレニル基を表わす。)で表わされる有機化合物を用いて構成したことを特徴とする発光素子。

【請求項13】 前記アリーレン基は、フェニレン、ビフェニレン、ターフェニレン、ナフチレン、フルオレニレン、ピレニレン、スチルベンから選択される請求項12に記載の発光素子。

【請求項14】 前記複素環基は、カルバゾール、ジベンゾフラン、ジベンゾチフフェン、フルオレノン、オキサゾール、オキサジアゾール、チアジアゾールの2価の基から選択される請求項12に記載の発光素子。

【請求項15】 前記アリール基は、フェニル基あるいは

【化1】

2もしくはAr<sup>4</sup>の1つが置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項1に記載の有機化合物。

【請求項7】 前記Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>3</sup>が置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項1に記載の有機化合物。

【請求項8】 前記Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>4</sup>が置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項1に記載の有機化合物。

【請求項9】 前記Ar<sup>1</sup>もしくはAr<sup>3</sup>の1つと、Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>4</sup>が置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項1に記載の有機化合物。

【請求項10】 前記Ar<sup>2</sup>もしくはAr<sup>4</sup>の1つと、Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>3</sup>が置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項1に記載の有機化合物。

【請求項11】 前記Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>3</sup>、Ar<sup>4</sup>の全てが置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項1に記載の有機化合物。

【請求項12】 一对の電極間に有機化合物層を配して構成される発光素子であって、前記有機化合物層を下記一般式(1)

【化2】

は多環芳香族基、芳香族複素環基から選択される請求項12に記載の発光素子。

【請求項16】 前記置換は、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ニトロ基、シアノ基、アミノ基、アリール基、ヘテロ環基から選択される置換基によりなされる請求項12に記載の発光素子。

【請求項17】 前記Ar<sup>1</sup>もしくはAr<sup>3</sup>の1つと、Ar<sup>2</sup>もしくはAr<sup>4</sup>の1つが置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項12に記載の発光素子。

【請求項18】 前記Ar<sup>1</sup>、Ar<sup>3</sup>が置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項12に記載の発光素子。

【請求項19】 前記Ar<sup>2</sup>、Ar<sup>4</sup>が置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項12に記載の発光素子。

【請求項20】 前記Ar<sup>1</sup>もしくはAr<sup>3</sup>の1つと、A

## 3

$r^2$ 、 $Ar^4$ が置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項12に記載の発光素子。

【請求項21】 前記 $Ar^2$ もしくは $Ar^4$ の1つと、 $Ar^1$ 、 $Ar^3$ が置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項12に記載の発光素子。

【請求項22】 前記 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ の全てが置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成された請求項12に記載の発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は新規な有機化合物及び該有機化合物を用いた発光素子に関する。

【0002】

【従来の技術】有機材料の電界発光現象は1963年にポーブ(Pope)らによってアントラセン単結晶で観測され(J. Chem. Phys. 38(1963)2042)、それに続き1965年にヘルフリッヒ(Helfrich)とシュナイダー(Schneider)は注入効率の良い溶液電極系を用いる事により比較的強い注入型ELの観測に成功している(Phys. Rev. Lett. 14(1965)229)。

【0003】それ以来、米国特許3,172,862号、米国特許3,173,050号、米国特許3,710,167号、J. Chem. Phys. 44(1966)2902、J. Chem. Phys. 50(1969)14364、J. Chem. Phys. 58(1973)1542、あるいはChem. Phys. Lett. 36(1975)345等に報告されている様に、共役の有機ホスト物質と縮合ベンゼン環を持つ共役の有機活性化剤とで有機発光性物質を形成した研究が行われた。ナフタレン、アンスラセン、フェナンスレン、テトラセン、ピレン、ベンゾピレン、クリセン、ピセン、カルバゾール、フルオレン、ビフェニル、ターフェニル、トリフェニレンオキサイド、ジハロビフェニル、トランススチルベン及び1,4-ジフェニルブタジエン等が有機ホスト物質の例として示され、アンスラセン、テトラセン、及びペンタセン等が活性化剤の例として挙げられた。しかしこれらの有機発光性物質はいずれも $1\mu m$ 以上をこえる厚さを持つ単一層として存在し、発光には高電界が必要であった。この為、真空蒸着法による薄膜素子の研究が進められた(例えばThin Solid Films 94(1982)171、Polymer 24(1983)748、Jpn. J. Appl. Phys. 25(1986)L773)。しかし薄膜化は駆動電圧の低減には有効ではあったが、実用レベルの高輝度の素子を得るには至らなかった。

【0004】しかし近年タン(Tang)らは(App

## 4

l. Phys. Lett. 51(1987)913あるいは米国特許4,356,429号)、陽極と陰極との間に2つの極めて薄い層(電荷輸送層と発光層)を真空蒸着で積層したEL素子を考案し、低い駆動電圧で高輝度を実現した。この種の積層型有機ELデバイスはその後にも活発に研究され、例えば特開昭59-194393号公報、米国特許4,539,507号、特開昭59-194393号公報、米国特許4,720,432号、特開昭63-264692号公報、Appl. Phys. Lett. 55(1989)1467、特開平3-163188等に記載されている。

【0005】また更にJpn. J. Appl. Phys. 27(1988)L269、L713には、キャリア輸送と発光の機能を分離した3層構造のEL素子が報告されており、発光色を決める発光層の色素の選定に際してもキャリア輸送性能の制約が緩和され選択の自由度がかなり増し、更には中央の発光層にホールと電子(あるいは励起子)を有効に閉じ込めて発光の向上をはかる可能性も示唆される。

【0006】積層型有機EL素子の作成には、一般に真空蒸着法が用いられているが、キャスト法によってもかなりの明るさの素子が得られる事が報告されている(例えば、第50回応物学会学術講演会講演予稿集1006(1989)及び第51回応物学会学術講演会講演予稿集1041(1990))。

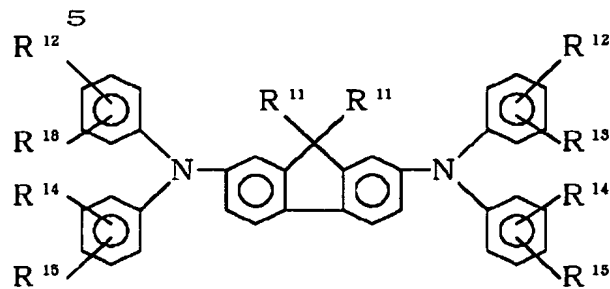
【0007】更には、ホール輸送化合物としてポリビニルカルバゾール、電子輸送化合物としてオキサジアゾール誘導体及び発光体としてクマリン6を混合した溶液から浸漬塗布法で形成した混合1層型EL素子でもかなり高い発光効率が得られる事が報告されている(例えば、第38回応物関係連合講演会講演予稿集1086(1991))。上述の様に有機ELデバイスにおける最近の進歩は著しく広汎な用途の可能性を示唆している。

【0008】しかしそれらの研究の歴史はまだ浅く、未だその材料研究やデバイス化への研究は十分なされていない。現状では更なる高輝度の光出力や長時間の使用による経時変化や酸素を含む雰囲気気体や湿気などによる劣化等の耐久性の面に未だ問題がある。更にはフルカラーディスプレイ等への応用を考えた場合の青、緑、赤の発光色相を精密に選択できる為の発光波長の多様化等の問題も未だ十分に解決されていない。

【0009】そうしたなか、特開平5-25473号公報に低電圧駆動、高発光強度、高耐久性を可能とする有機化合物として下記一般式(A)で示されるものを正孔輸送剤として用いた発光素子が開示されている。

【0010】

【化3】



(A)

(式中、 $R^{11}$  はアルキル基またはアラルキル基を示し、 $R^{12}$ 、 $R^{13}$ 、 $R^{14}$  および  $R^{15}$  は水素原子、アルキル基、アルコキシ基またはハロゲン原子を示す。)

【0011】しかしながら、本発明者らが検討したところによると、発光素子を用いてLED (Light Emitting Diode) やディスプレイを構成して、発光あるいは表示を行なうと、不可避免的に発熱を生じ、その発熱が要因となって、発光素子の耐久性を縮めており、上述の一般式(A)で示される化合物については、融点及びガラス転移点が比較的低いことから、期待される程の高耐久性が実際には得られないことが明らかとなった。

【0012】

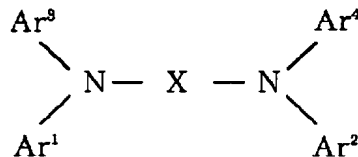
【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高輝度の光出力に寄与すると共に高耐久性に寄与する新規な有機化合物材料を提供することにある。本発明の別の目的は、発光波長に多様性があり、種々の発光色相を呈するとともに極めて耐久性のある発光素子を提供することにある。本発明の更に別の目的は、高輝度の光出力を可能とする発光素子を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】即ち、本発明は、下記一般式(1)

【0014】

【化4】



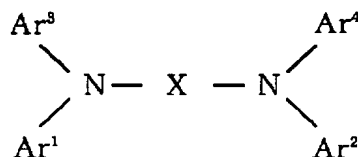
(1)

【0015】(式中、Xは置換もしくは未置換のアリール基あるいは複素環基を表わし、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ は置換もしくは無置換のアリール基を表わす。但し、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ の少なくとも2つは置換もしくは無置換のフルオレニル基を表わす。)で表わされる有機化合物である。

【0016】また、本発明は、一対の電極間に有機化合物層を配して構成される発光素子であって、前記有機化合物層を下記一般式(1)

【0017】

【化5】



(1)

【0018】(式中、Xは置換もしくは未置換のアリール基あるいは複素環基を表わし、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ は置換もしくは無置換のアリール基を表わす。但し、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ の少なくとも2つは置換もしくは無置換のフルオレニル基を表わす。)で表わされる有機化合物を用いて構成したことを特徴とする発光素子である。

【0019】本発明の発光素子によれば、種々の発光色

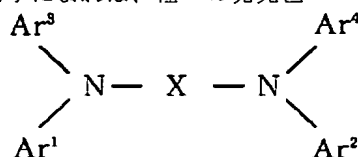
相を呈する発光素子が容易に構成でき、該発光素子は、耐久性に非常に優れたものとなる。また、本発明の発光素子によれば高輝度の光出力が可能となる。

【0020】

【発明の実施の形態】本発明の有機化合物は、下記一般式(1)で表わされるものである。

【0021】

【化6】



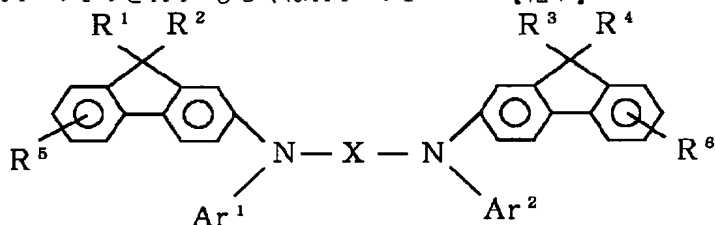
(1)

【0022】一般式(1)において、Xは置換もしくは未置換のアリーレン基あるいは複素環基を表わし、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ は置換もしくは無置換のアリール基を表わす。但し、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ の少なくとも2つは置換もしくは無置換のフルオレニル基を表わす。

【0023】 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ については、4つ全てを置換もしくは無置換のフルオレニル基とすることもできるが、少なくとも2つ以上が置換もしくは無置換のフルオレニル基であることが必要である。4つ全てがフルオレニル基でない場合には、残りは置換もしくは無置換のアリール基で構成される。

【0024】 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ のうち2つを置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成する場合の構成の仕方は、次の3通りである。即ち、

$Ar^1$ もしくは $Ar^3$ の1つと $Ar^2$ もしくは $Ar^4$ の1



(4)

【0028】一般式(4)において、Xは置換もしくは未置換のアリーレン基あるいは複素環基を表わしている。 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ は置換もしくは未置換のアリール基を表わし、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換のアルキル基、アルコキシ基、アリール基のいずれかを表わしている。また、 $R^5$ 、 $R^6$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、置換もしくは未置換のアルキル基、アルコキシ基、アリール基、アミノ基、カルボニル基のいずれかを表わしている。

【0029】Xを構成し得る置換もしくは未置換のアリーレン基としては、例えばフェニレン、ビフェニレン、ターフェニレン、ナフチレン、フルオレニレン、ピレニレン、スチルベン等が挙げられる。未置換の複素環基としては、例えばカルバゾール、ジベンゾフラン、ジベンゾチフフェン、フルオレノン、オキサゾール、オキサジアゾール、チアジアゾール等の2価の基が挙げられる。

【0030】また、置換アリーレン基あるいは置換複素環基は、未置換のアリーレン基あるいは複素環基が置換基で置換されたものであるが、その具体的な置換基の例としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子のハロゲン原子、メチル、エチル、*n*-プロピル、*iso*-プロピル等のアルキル基、メトキシ、エトキシ、フェノキシ等のアルコキシ基、ベンジル、フェネチル、プロピルフェニル等のアリール基、ニトロ基、シアノ基、ジメチルアミノ、ジベンジルアミノ、ジフェニルアミノ、モルホリノ等の置換アミノ基、フェニル、トリル、ビフェニル、ナフチル、アンスリル、ピレニル等の

つ

 $Ar^1$ 、 $Ar^3$  $Ar^2$ 、 $Ar^4$ 

である。

【0025】また、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ のうち3つを置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成する場合の構成の仕方は、次の2通りである。即ち、

$Ar^1$ もしくは $Ar^3$ の1つと $Ar^2$ 、 $Ar^4$

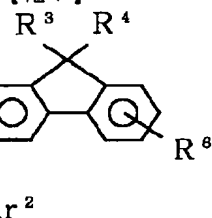
$Ar^2$ もしくは $Ar^4$ の1つと $Ar^1$ 、 $Ar^3$

である。

【0026】次に、本発明の有機化合物の具体例を一般式(4)に示す。一般式(4)に示す例は、一般式(1)における $Ar^3$ 、 $Ar^4$ に置換もしくは無置換のフルオレニル基を配して構成したものである。

【0027】

【化7】



(4)

アリール基、ピリジル、チエニル、フリル、キノリル、カルバゾリル等のヘテロ環などが挙げられる。

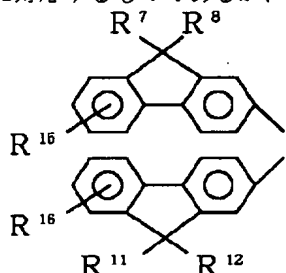
【0031】一般式(4)において、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ は置換もしくは未置換のアリール基を表わしている。その具体例としては、例えばフェニル基、多環芳香族基、芳香族複素環基、ビフェニル、ターフェニル、ナフチル、アンスリル、ピレニル等が挙げられる。その具体的な置換基の例としては、上記のXと同様の置換基が挙げられる。

【0032】 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換のアルキル基、アルコキシ基、アリール基のいずれかを表わす。その具体例としては、例えばメチル、エチル、*n*-プロピル、*iso*-プロピル等のアルキル基、メトキシ、エトキシ、フェノキシ等のアルコキシ基、フェニル、ビフェニル、ナフチル等のアリール基等が挙げられる。その具体的な置換基の例としては、上記のXと同様の置換基が挙げられる。

【0033】 $R^5$ 、 $R^6$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、置換もしくは未置換のアルキル基、アルコキシ基、アリール基、アミノ基、カルボニル基のいずれかを表わす。その具体例としては、例えばメチル、エチル、*n*-プロピル、*iso*-プロピルのアルキル基、メトキシ、エトキシ、フェノキシ等のアルコキシ基、フェニル、ビフェニル、ナフチル等のアリール基、ジメチルアミノ、ジフェニルアミノ等のアミノ基、メチルカルボニル、フェニルカルボニル、シクロヘキシルカルボニル等のカルボニル基等が挙げられ

る。その具体的な置換基の例としては、上記のXと同様の置換基が挙げられる。

【0034】一般式(4)に示した例は、前述の一般式(1)で示される $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ のうち2つを置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成する仕方の(前述)に対応するものであるが、前述した、



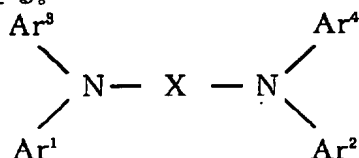
【0037】一般式(5)に示す例は、一般式(1)における $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ の全てに置換もしくは無置換のフルオレニル基を配して構成したものである。

【0038】一般式(5)において、Xは他の一般式と同様に置換もしくは未置換のアリーレン基あるいは複素環基を表わしている。その具体例としては、上記の一般式(4)のXと同様の置換基が挙げられる。

【0039】 $R^7$ 、 $R^8$ 、 $R^9$ 、 $R^{10}$ 、 $R^{11}$ 、 $R^{12}$ 、 $R^{13}$ 、 $R^{14}$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換のアルキル基、アルコキシ基、アリアル基のいずれかを表わしている。その具体例としては、上記の一般式(4)の $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ と同様の置換基が挙げられる。

【0040】また、 $R^{15}$ 、 $R^{16}$ 、 $R^{17}$ 、 $R^{18}$ はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、置換もしくは未置換のアルキル基、アルコキシ基、アリアル基、アミノ基、カルボニル基のいずれかを表わしている。その具体例としては、上記の一般式(4)の $R^5$ 、 $R^6$ と同様の置換基が挙げられる。

【0041】一般式(4)及び一般式(5)を用いて、前述の一般式(1)で示される $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ のうち2つ又は4つを置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成した例を示した。これと同様に、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ のうち3つを置換もしくは無置換のフルオレニル基で構成する前述の、の例についても構成することができる。



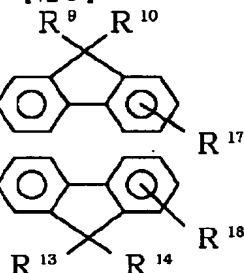
(式中、 $Ar^1$ 、 $Ar^2$ 、 $Ar^3$ 、 $Ar^4$ のうち少なくとも2つは置換もしくは無置換のフルオレニル基を、残りは置換もしくは無置換のアリアル基を表わす)で表わされる有機化合物を得るというものである。

に示した化合物についても同様に構成することができる。

【0035】次に、本発明の有機化合物の別の具体例を一般式(5)に示す。

【0036】

【化8】



(5)

【0042】本発明の一般式(1)で表わされる有機化合物は、例えば、対応するヨード体とアミン化合物を反応させることにより得られる。反応は触媒存在下で行なうことが好ましく、触媒としては金属触媒、例えば銅触媒が挙げられる。

【0043】具体的な製造方法は、次のとおりである。即ち、下記一般式(2)

【0044】

【化9】



(式中、Xは置換もしくは未置換のアリーレン基あるいは複素環基を表わす)で表わされる化合物と、下記一般式(3)

【0045】

【化10】



(3)

(式中、 $Ar$ 、 $Ar'$ はそれぞれ置換もしくは無置換のフルオレニル基あるいは置換もしくは無置換のアリアル基を表わす)で表わされる化合物とを反応させ、下記一般式(1)

【0046】

【化11】

(1)

【0047】以下に、一般式(1)で表わされる有機化合物の具体例を挙げるが本発明の有機化合物は、これらに限定されるものではない。

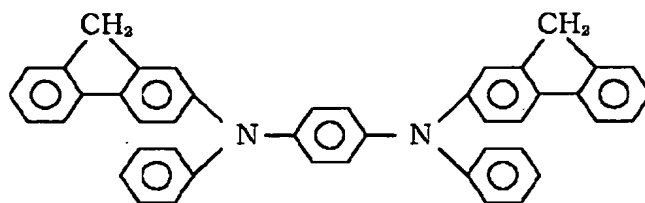
【0048】



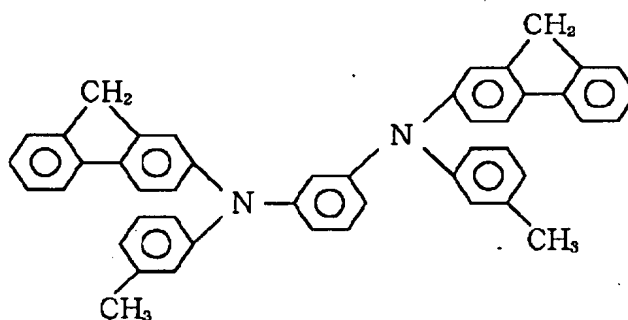
【化 1 2】

## 例示化合物

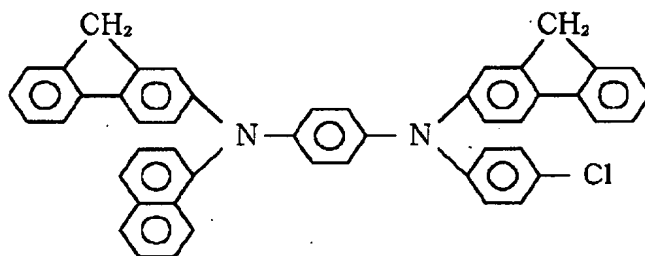
No. 1



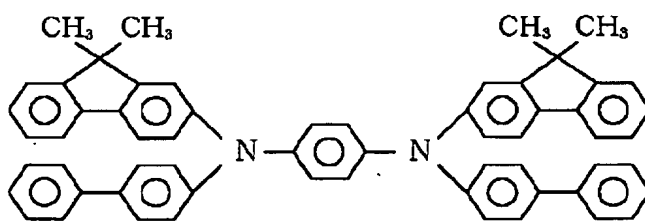
No. 2



No. 3



No. 4

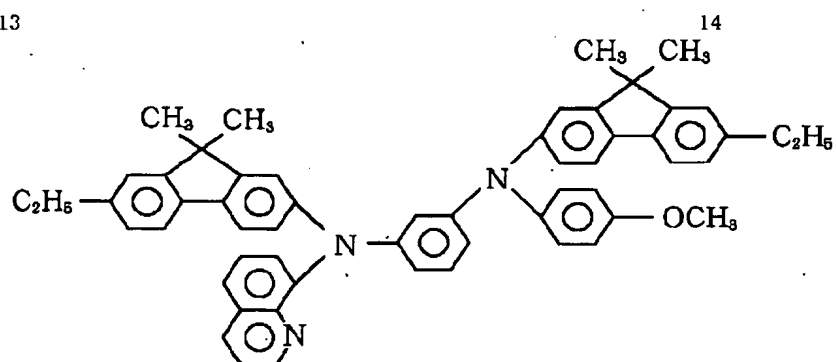


【0 0 4 9】

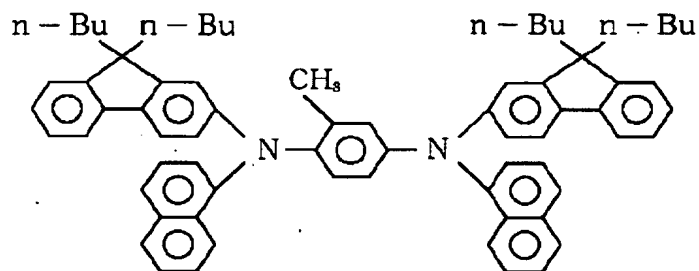
【化 1 3】

No. 5

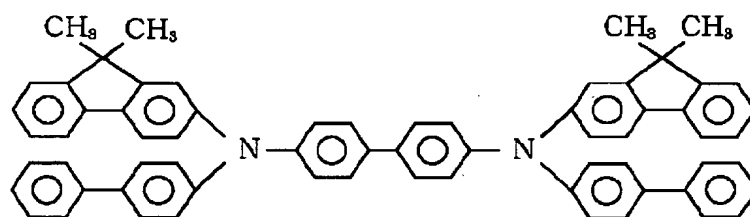
13



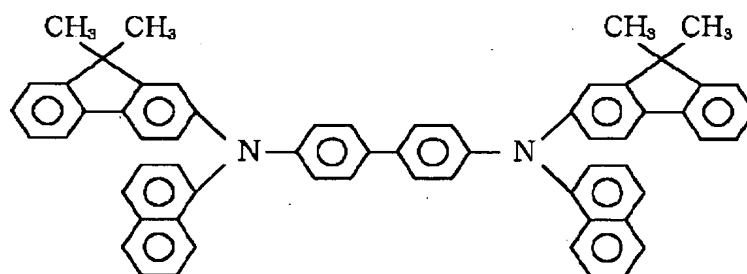
No. 6



No. 7



No. 8



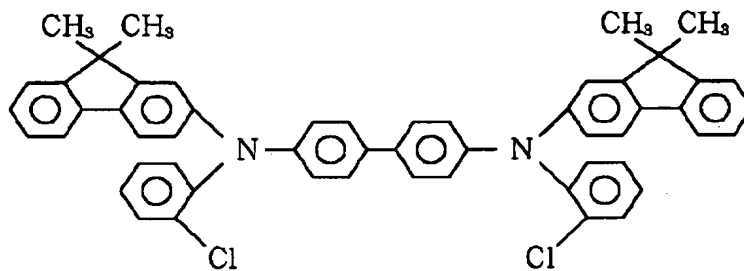
【0050】

【化14】

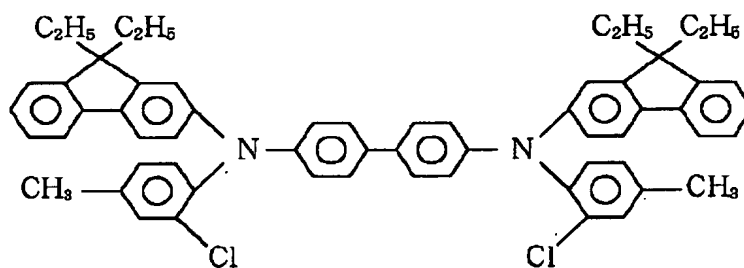
No. 9

15

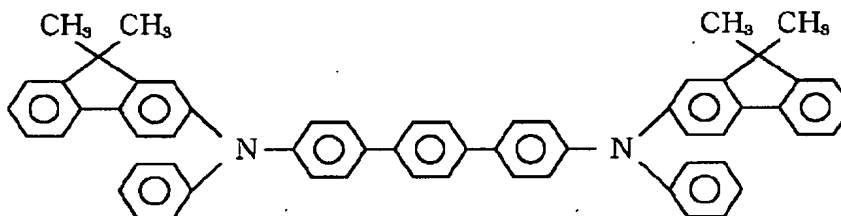
16



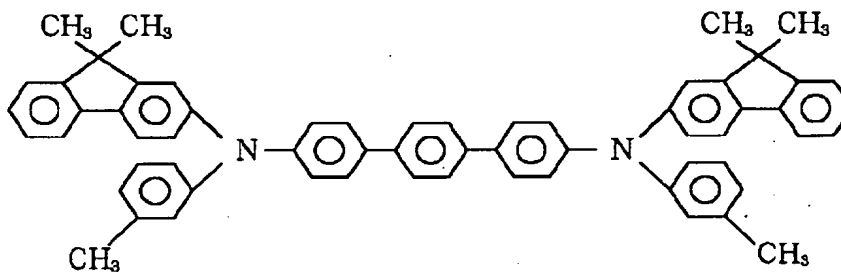
No. 10



No. 11



No. 12

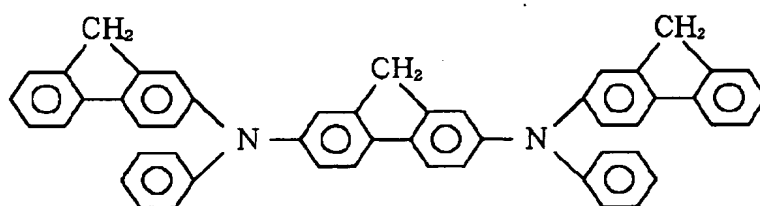


【0051】

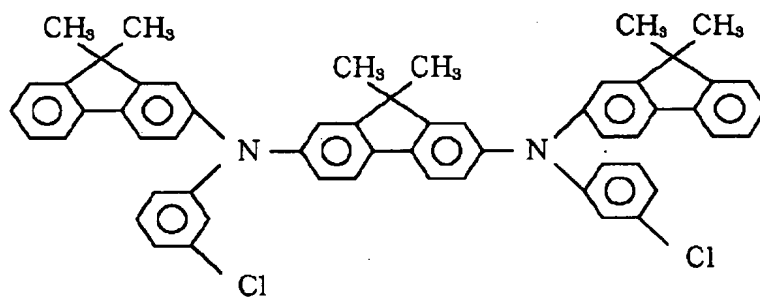
【化15】

No. 13<sup>17</sup>

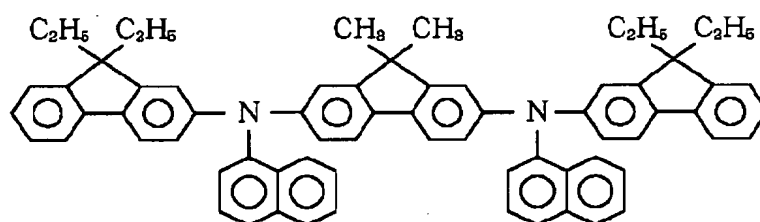
18



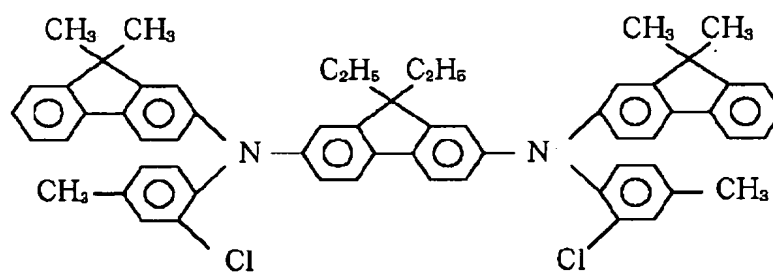
No. 14



No. 15



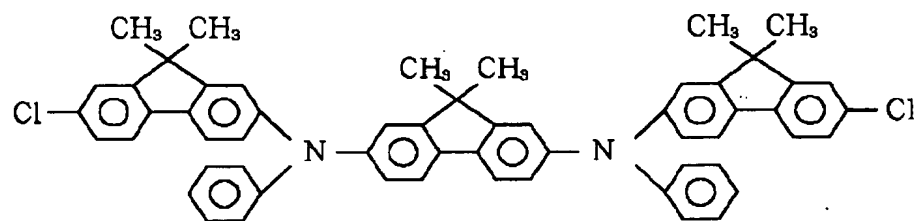
No. 16



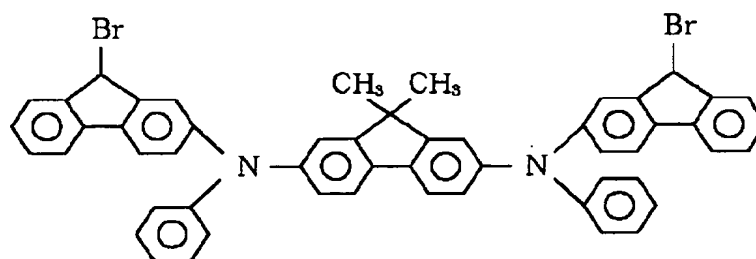
【0052】

【化16】

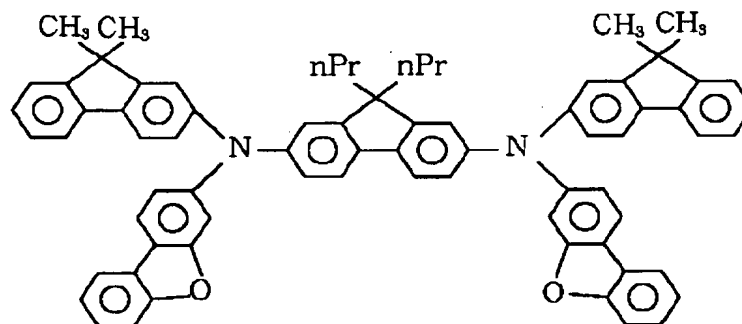
No. 17



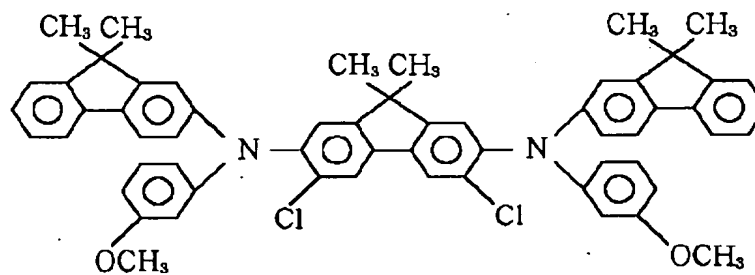
No. 18



No. 19



No. 20



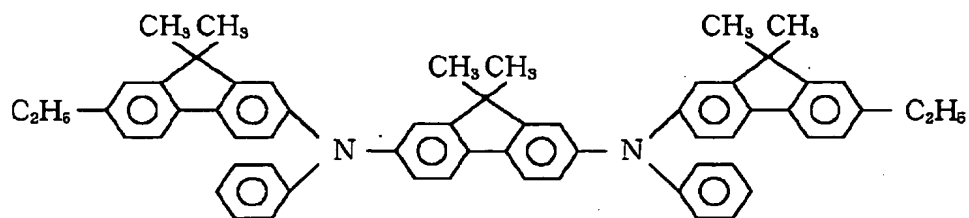
【 0 0 5 3 】

【 化 1 7 】

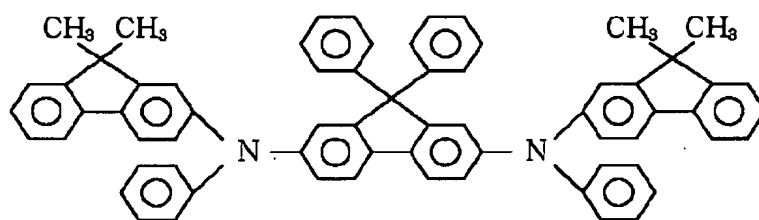
No. 21

21

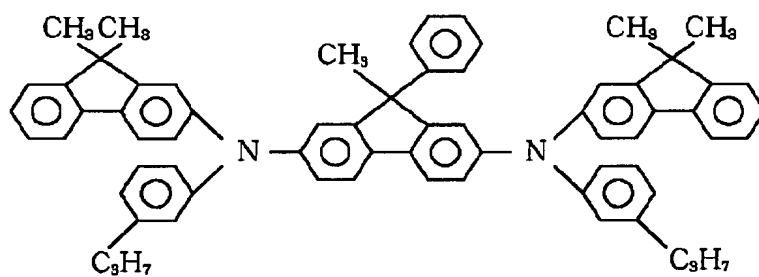
22



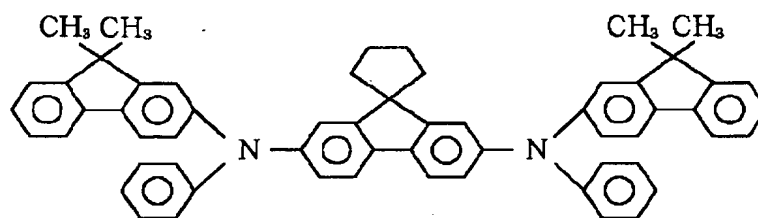
No. 22



No. 23



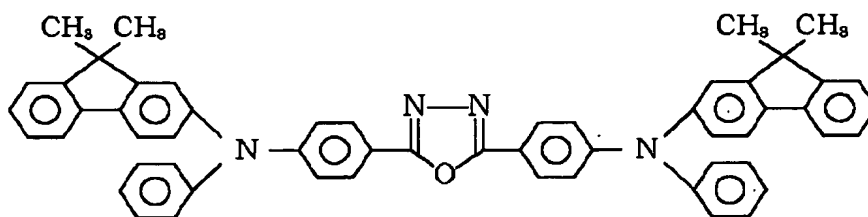
No. 24



【0054】

【化18】

24

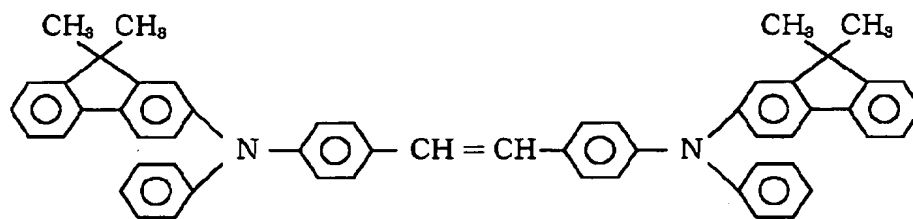


【化 1 9】

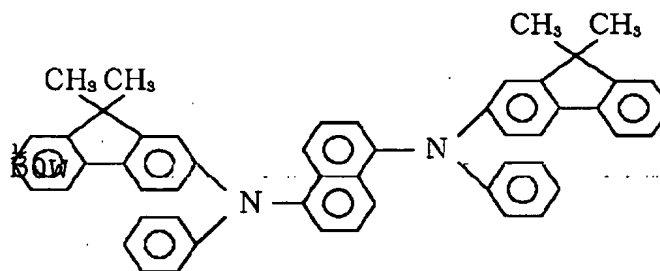
25

26

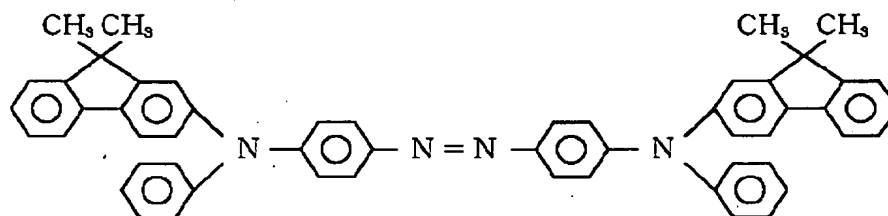
No. 29



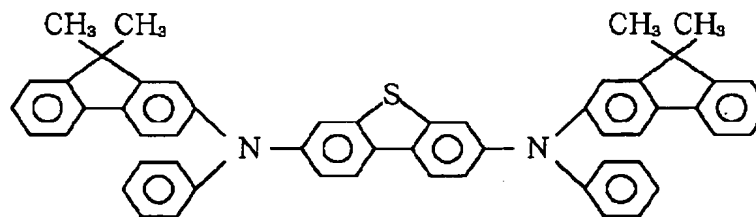
No. 30



No. 31



No. 32



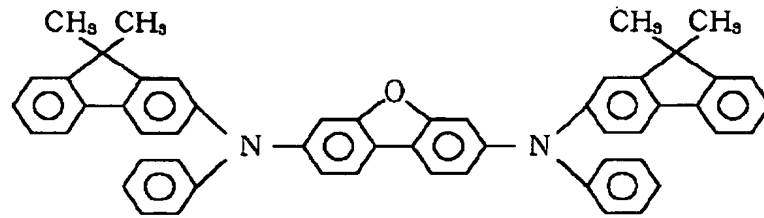
【 0 0 5 6 】

【 化 2 0 】

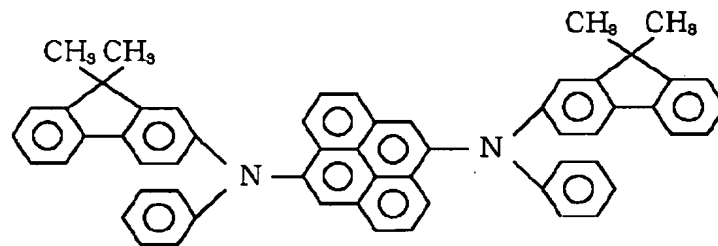


No. 33<sup>27</sup>

28



No. 34



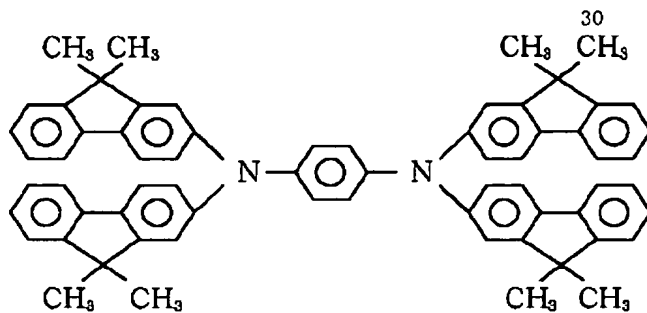
【 0 0 5 7 】

【 化 2 1 】

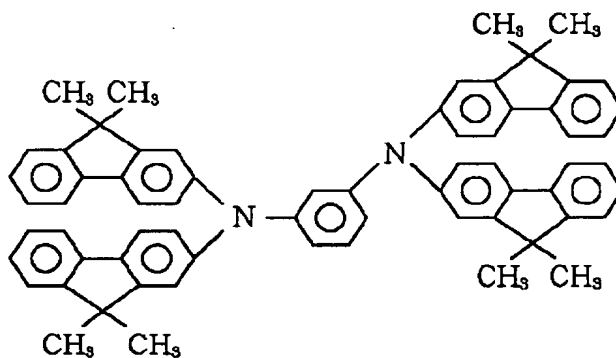
29

例示化合物

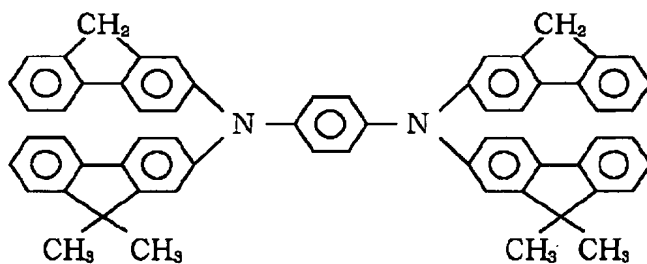
No. 35



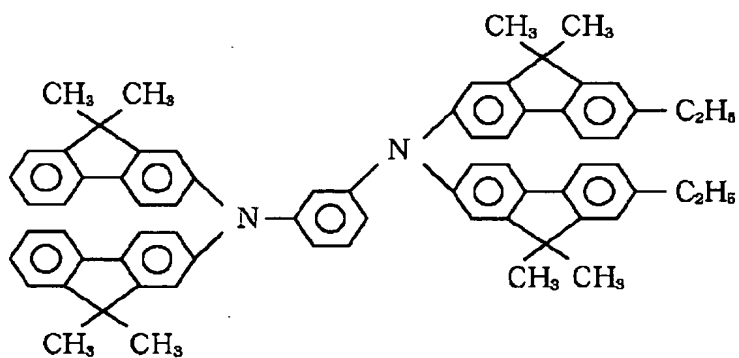
No. 36



No. 37

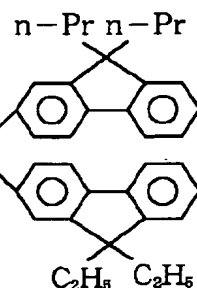
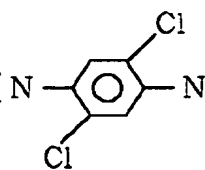
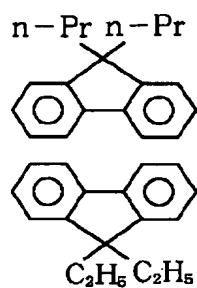


No. 38



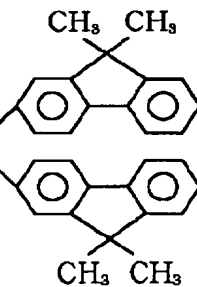
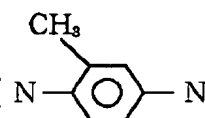
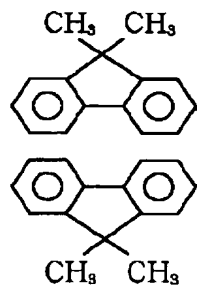
No. 39

31

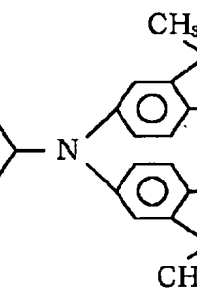
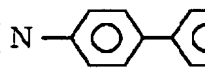
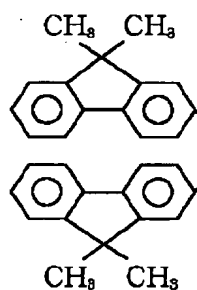


32

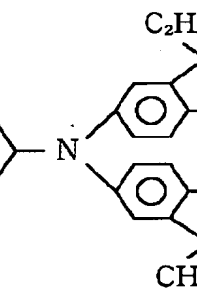
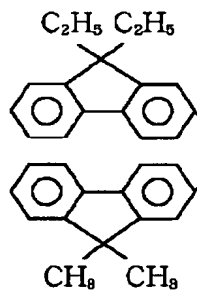
No. 40



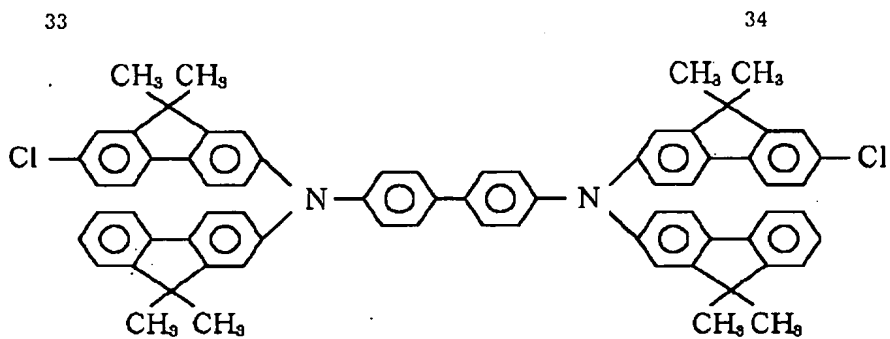
No. 41



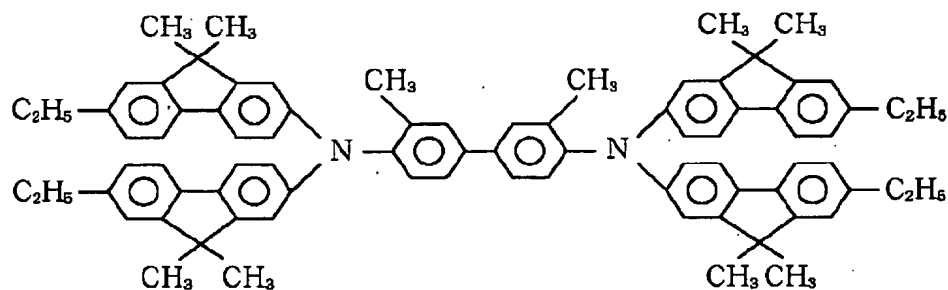
No. 42



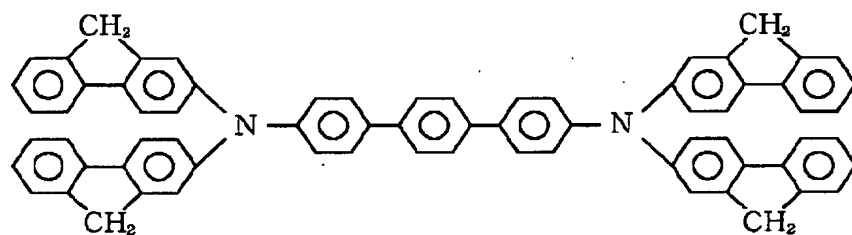
No. 43



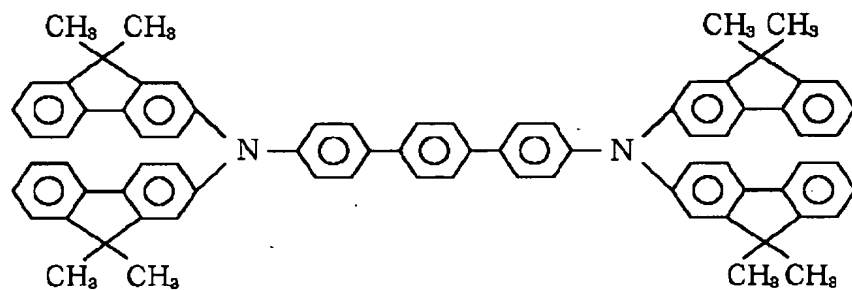
No. 44



No. 45



No. 46

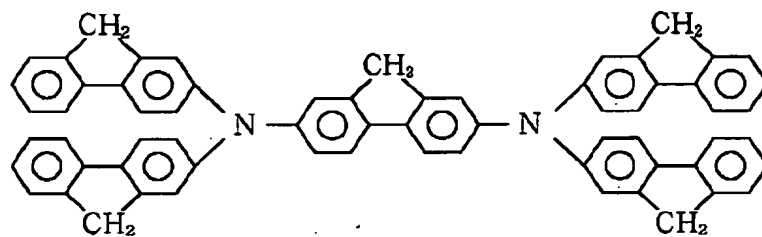


【0060】

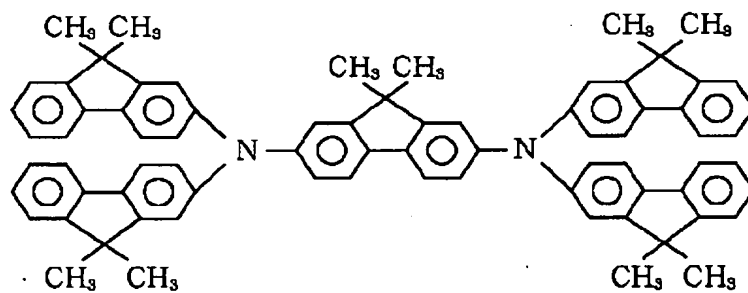
【化24】

No. 47

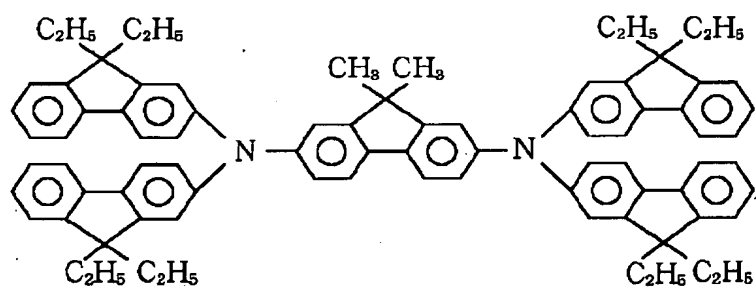
35



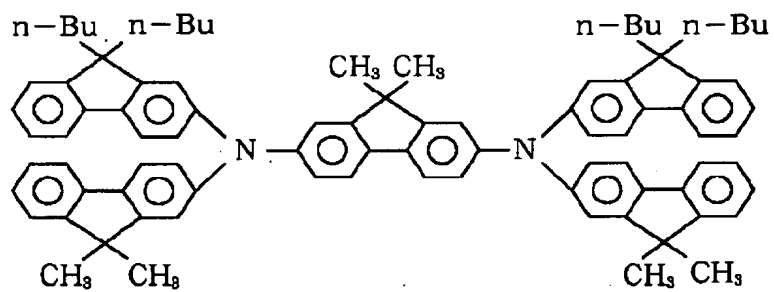
No. 48



No. 49



No. 50



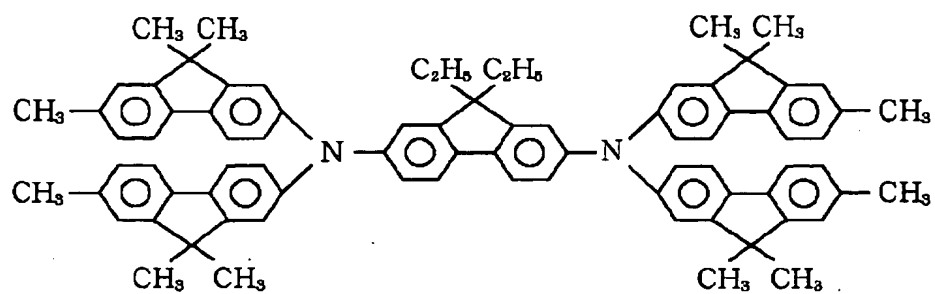
[0061]

【化25】

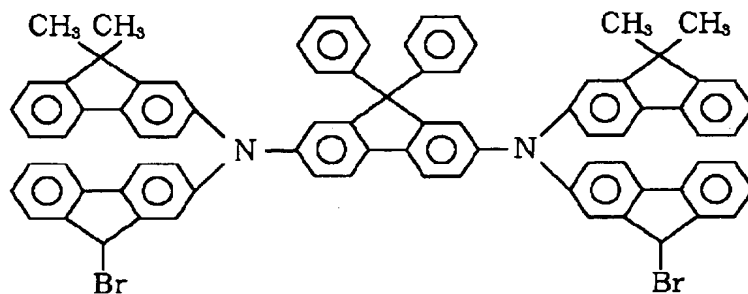
37

38

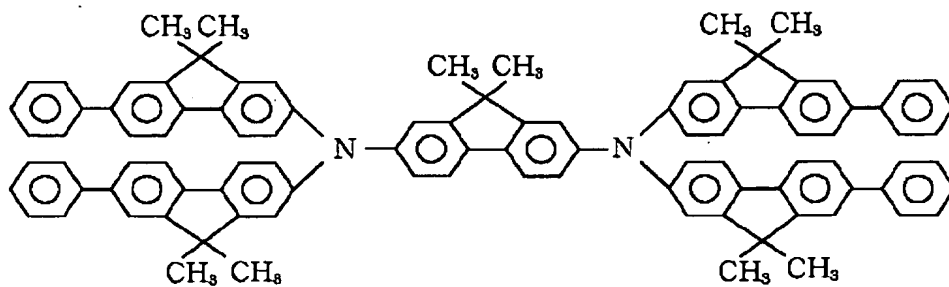
No. 51



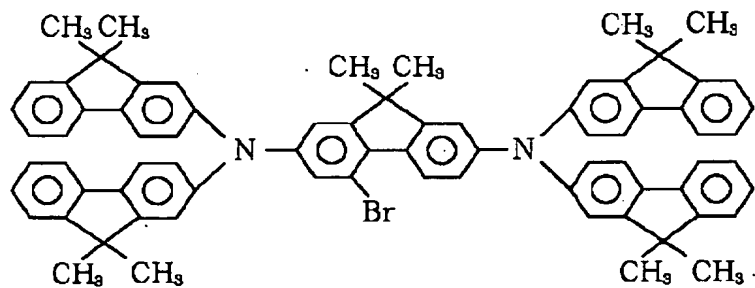
No. 52



No. 53

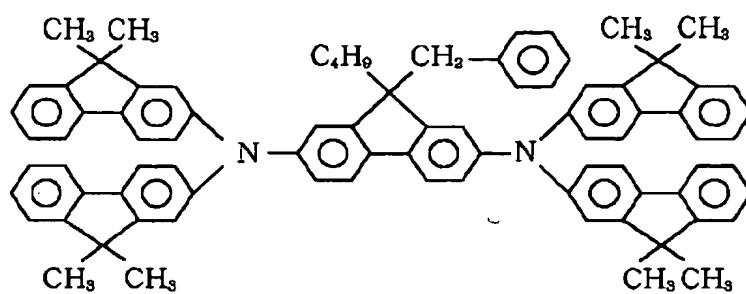


No. 54

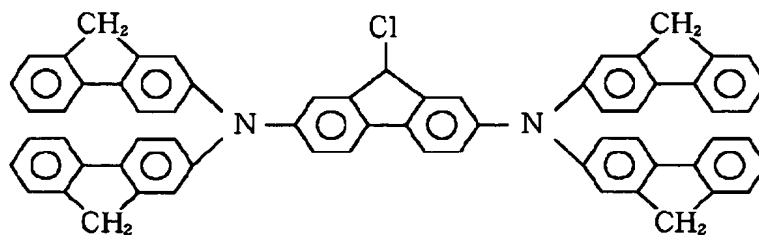


No. 55<sup>39</sup>

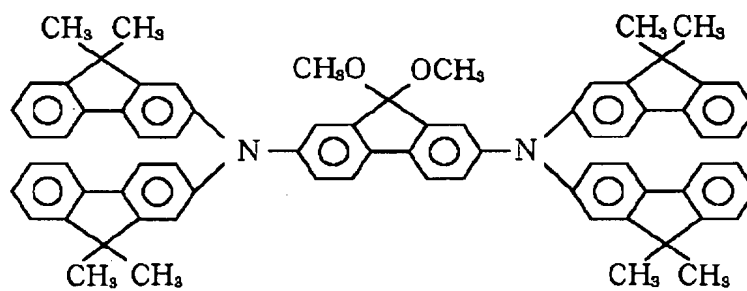
40



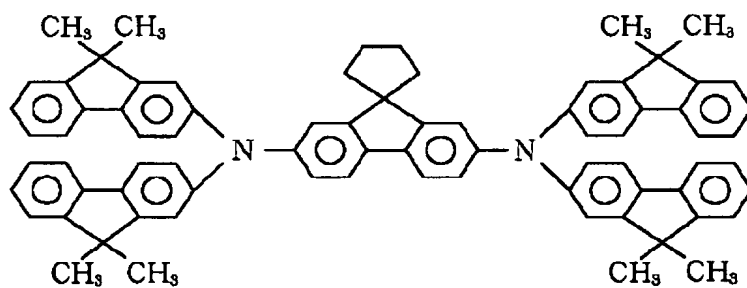
No. 56



No. 57



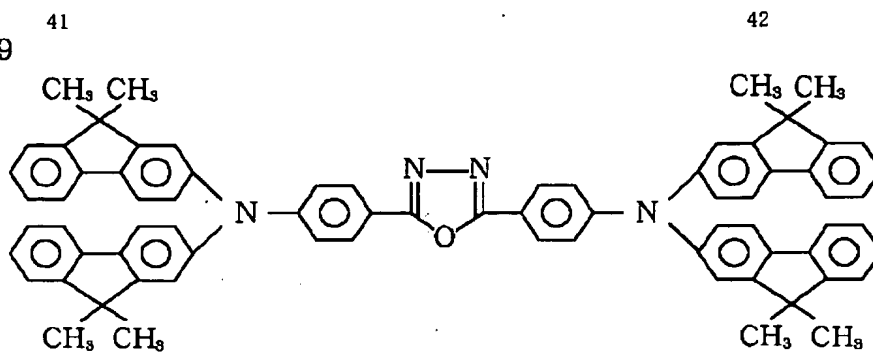
No. 58



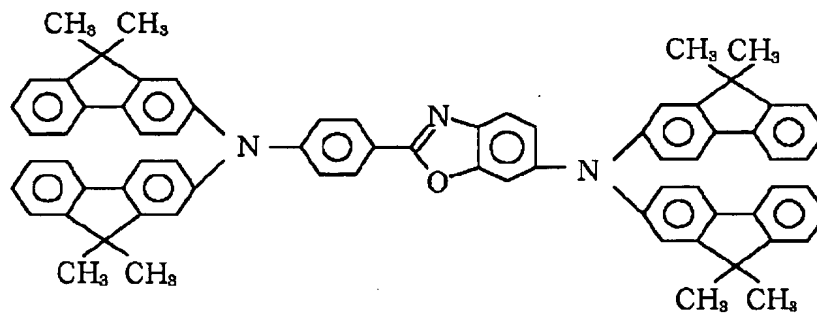
[ 0 0 6 3 ]

【化 2 7】

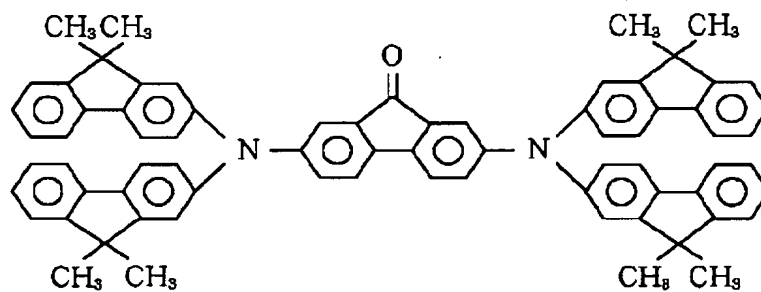
No. 59



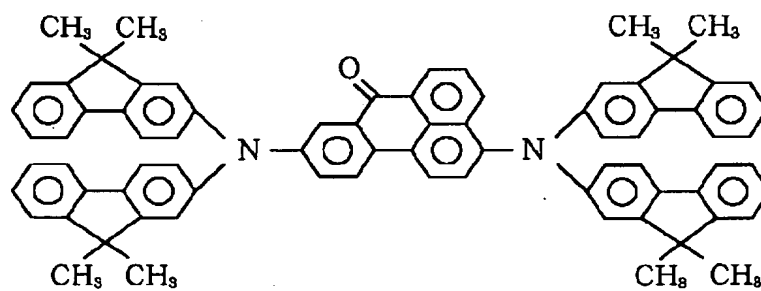
No. 60



No. 61

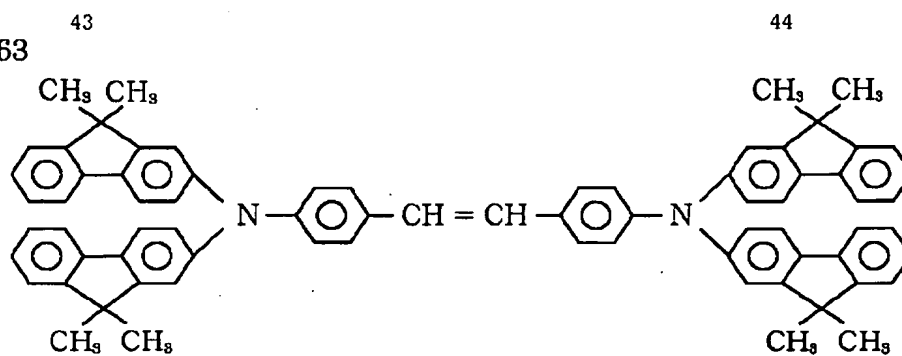


No. 62

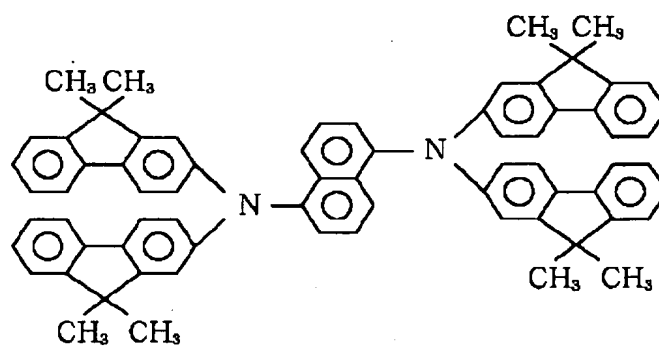




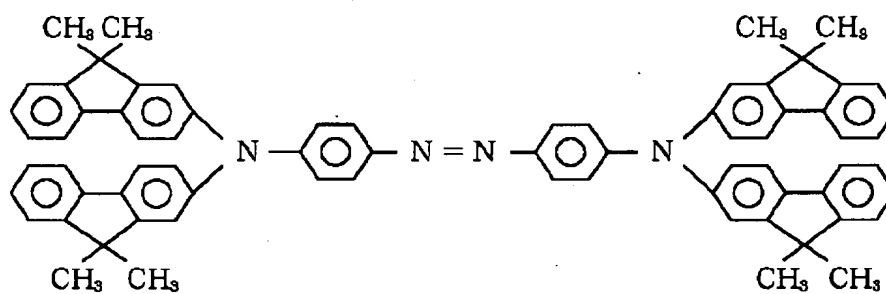
No. 63



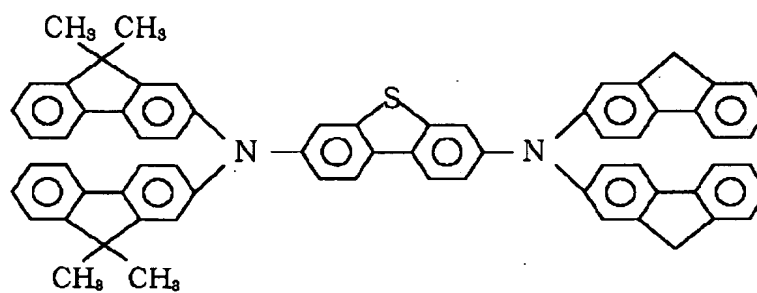
No. 64



No. 65



No. 66



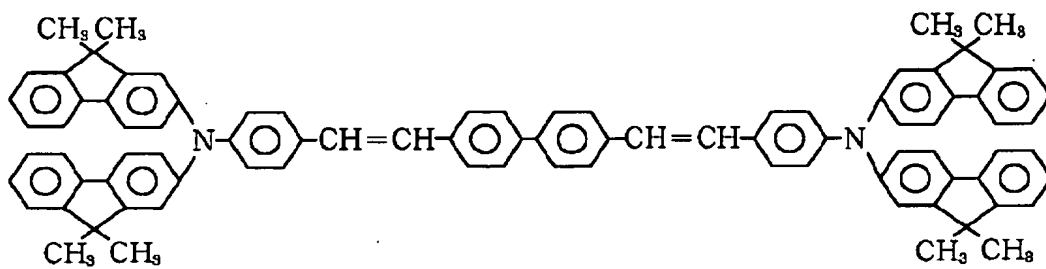
【0065】

【化29】

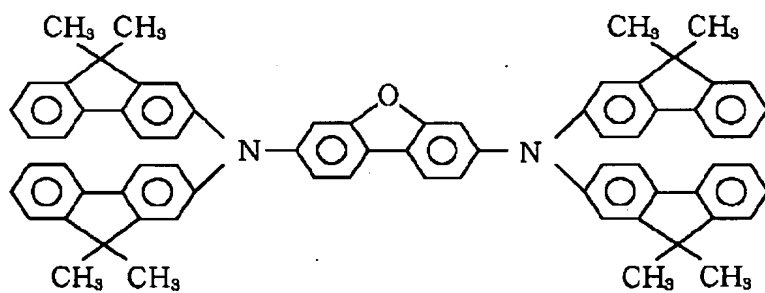
45

46

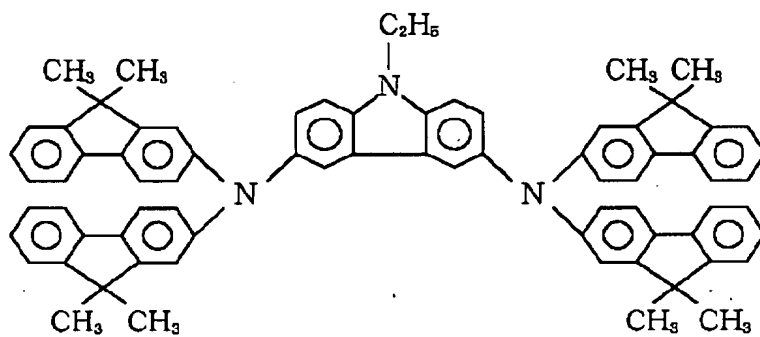
No. 67



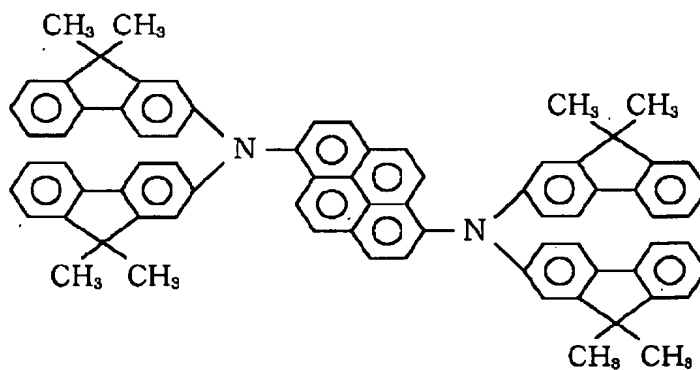
No. 68



No. 69

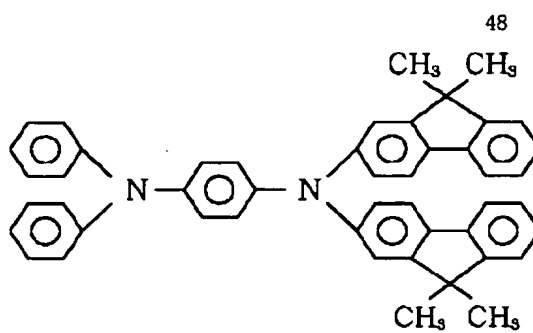


No. 70

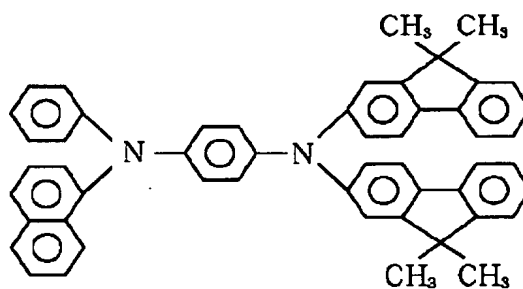


47  
例示化合物

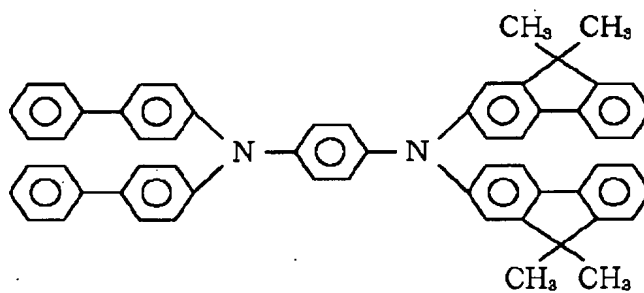
No.71



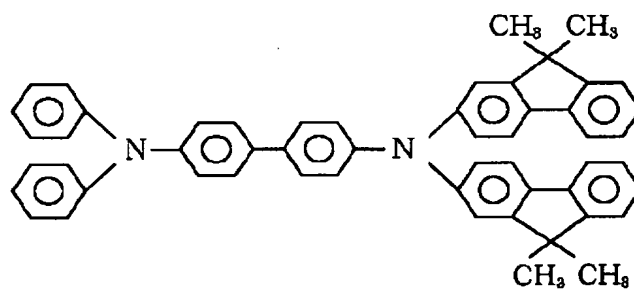
No.72



No.73

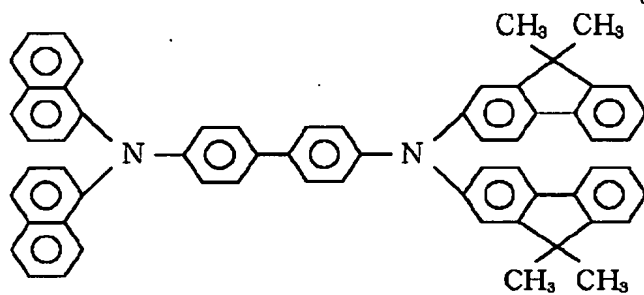


No.74

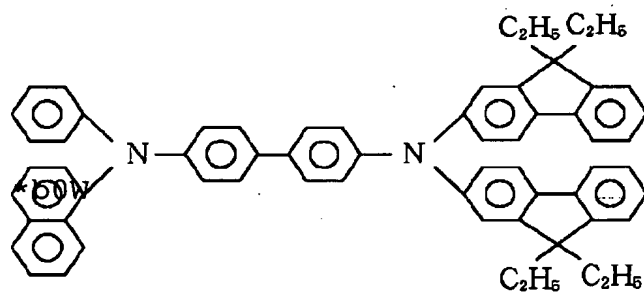


【0067】

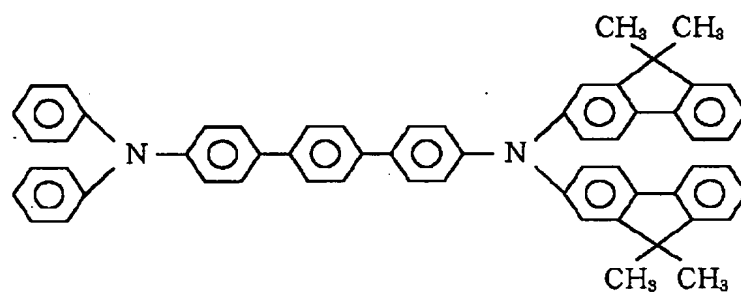
【化31】

No.75<sup>49</sup>

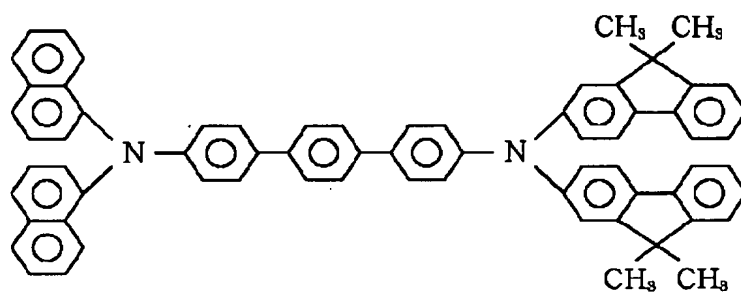
No.76



No.77

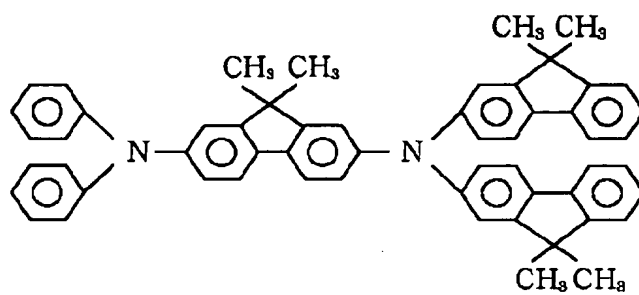


No.78



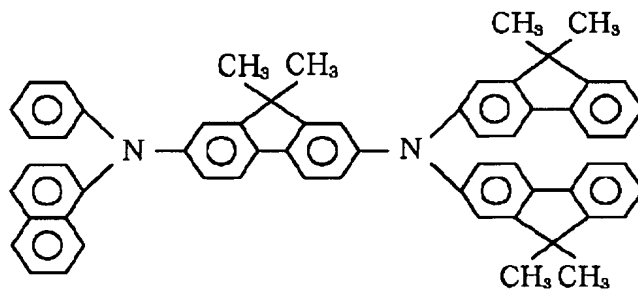
【0068】

【化32】

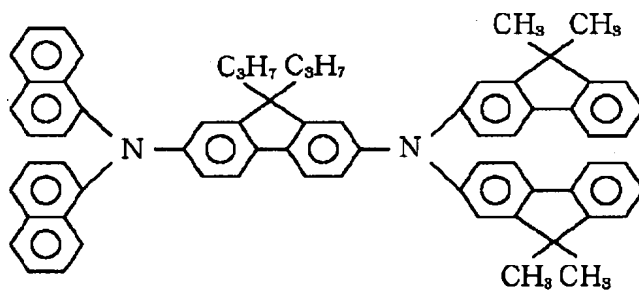
No.79<sup>51</sup>

52

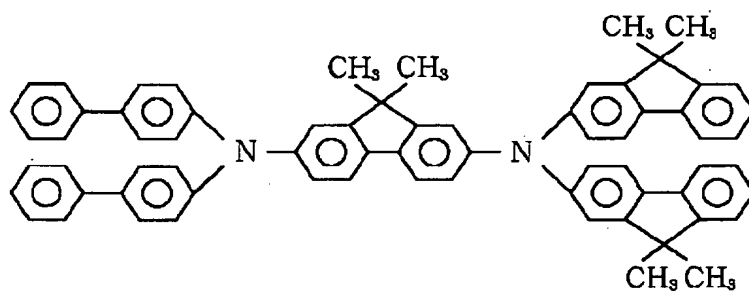
No.80



No.81

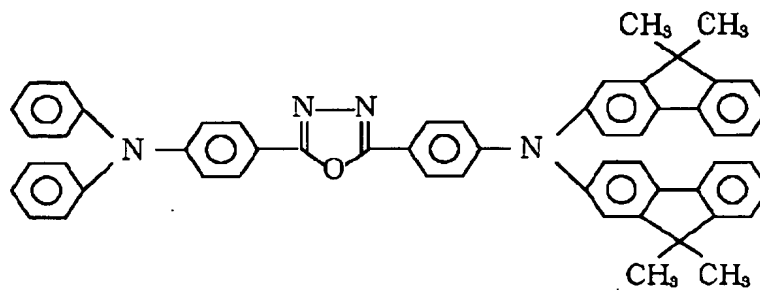


No.82



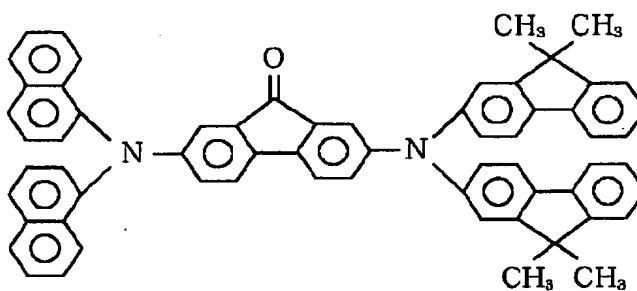
53

No.83

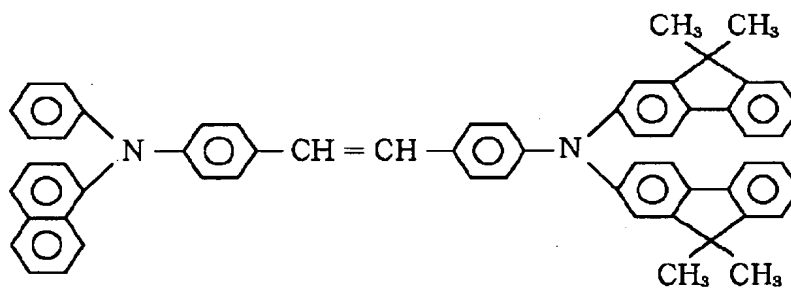


54

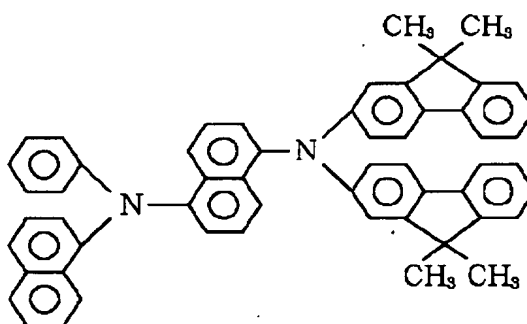
No.84



No.85



No.86

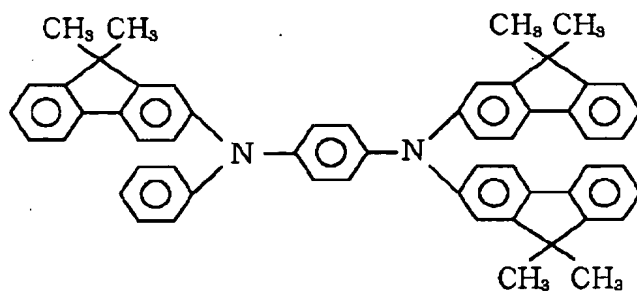


【 0 0 7 0 】

【 化 3 4 】

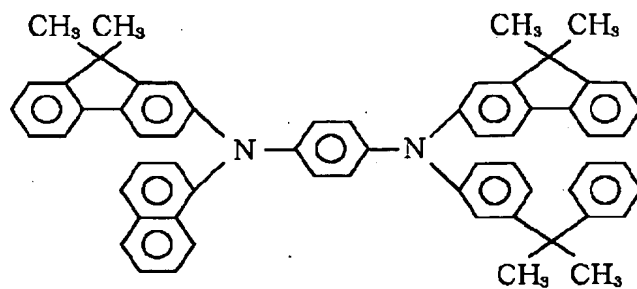
No.87

55

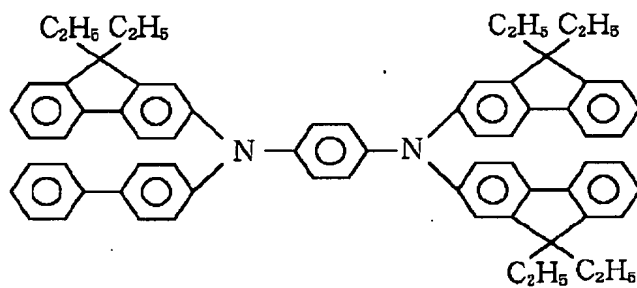


56

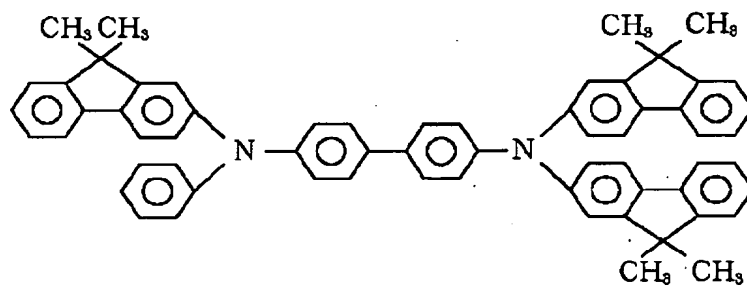
No.88



No.89



No.90



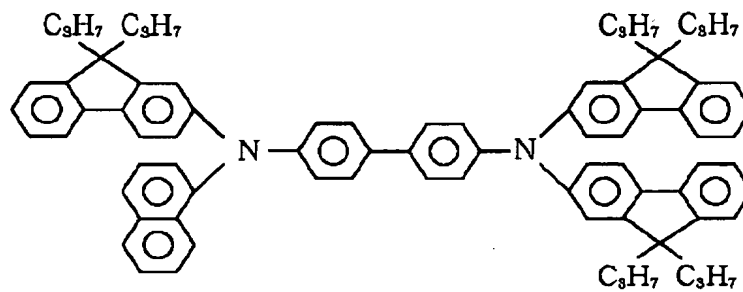
【0071】

【化35】

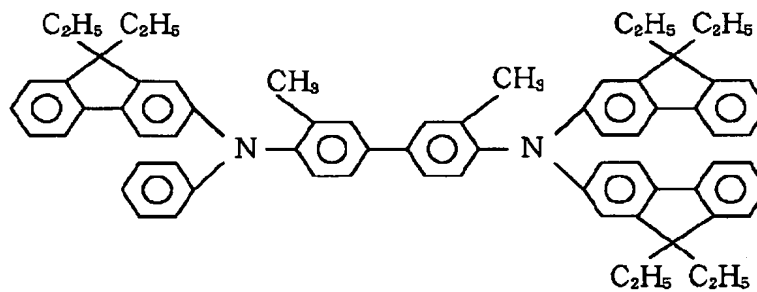
57

58

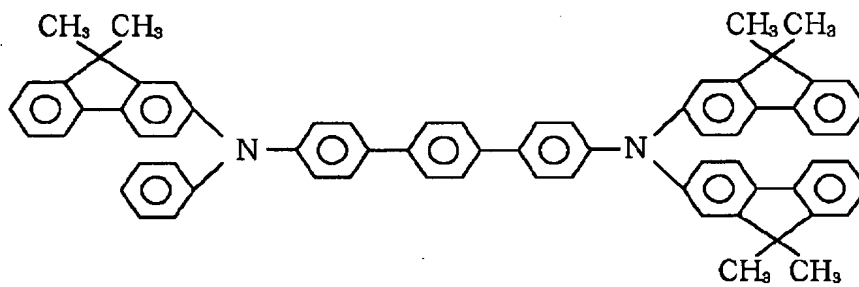
No.91



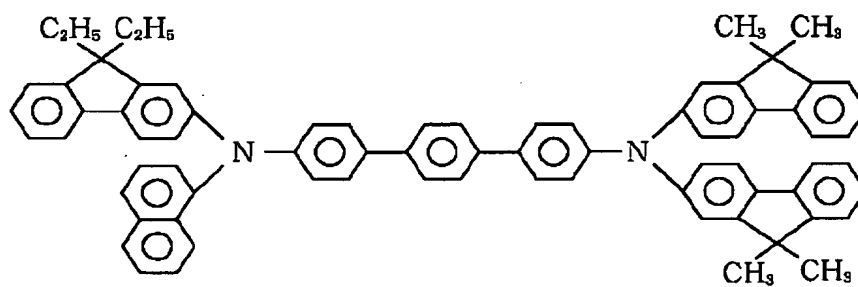
No.92



No.93



No.94

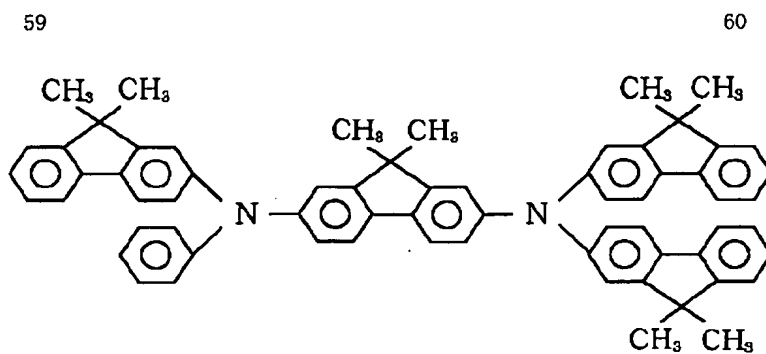


【 0 0 7 2 】

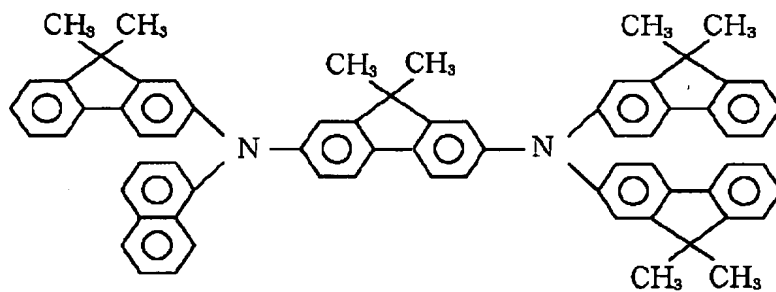
【 化 3 6 】



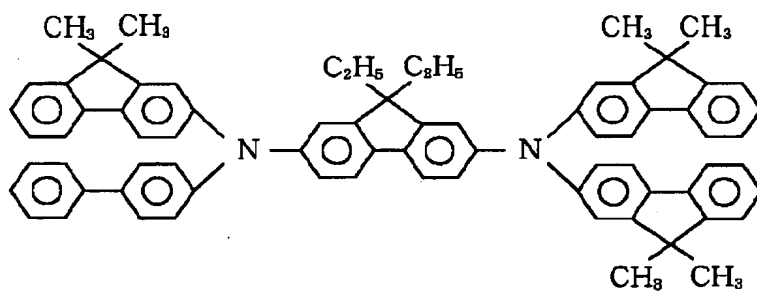
No.95



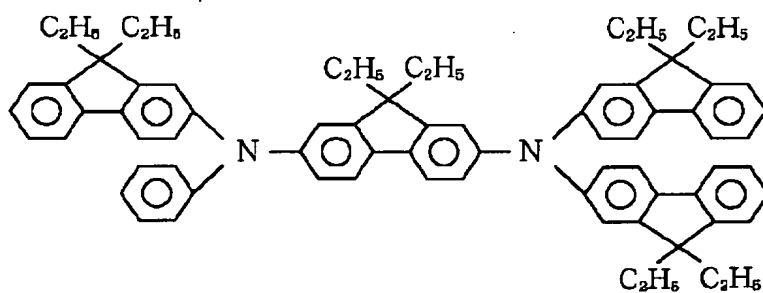
No.96



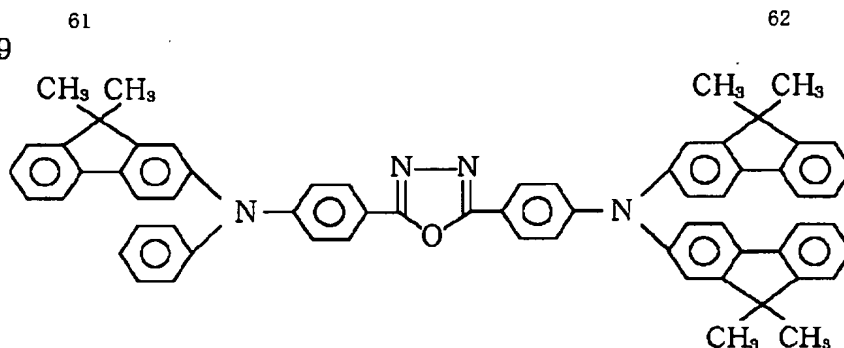
No.97



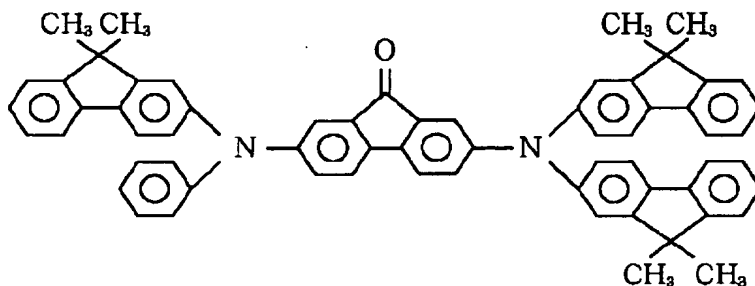
No.98



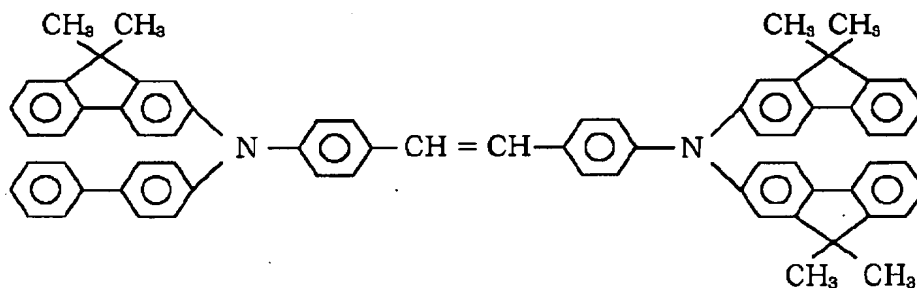
No.99



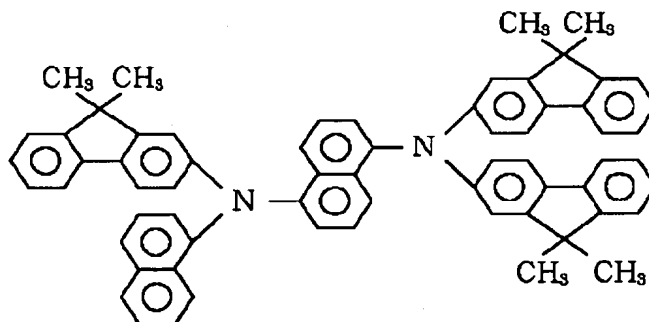
No.100



No.101



No.102



【0074】本発明は、発光素子を包含する。本発明の発光素子は、一対の電極間に上述の一般式(1)で表わされる化合物で構成される有機化合物層を配して構成されるものである。

【0075】本発明の発光素子においては、上述の一般式(1)で示される化合物を真空蒸着法や溶液塗布法等により陽極及び陰極の間に形成する。その有機層の厚みは2 $\mu$ mより薄く、好ましくは0.5 $\mu$ m以下、より好ましくは1nm~500nmの厚みに薄膜化する事が好ましい。

【0076】又、本発明の発光素子は、一対の電極間に複数の層を配して構成することもでき、複数層のうち、

少なくとも一つの層が一般式(1)で示される化合物で構成されていれば良い。本発明の発光素子においては、一般式(1)で示される化合物を適宜選択することにより、所望の発光色を呈する発光素子を構成することができる。

【0077】以下、図面に沿って本発明の発光素子を更に詳細に説明する。図1は本発明の発光素子の一例を示す断面図である。図1は基板1上に陽極2、発光層3及び陰極4を順次設けた構成のものである。ここで使用する発光素子はそれ自体でホール輸送能、エレクトロン輸送能及び発光性の性能を単一で有している場合や、それぞれの特性を有する化合物を混ぜて使う場合に有用であ

40

50

る。

【0078】図2は本発明の発光素子の他の例を示す断面図である。図2は基板1上に陽極2、ホール輸送層5、電子輸送層6及び陰極4を順次設けた構成のものである。この場合は発光物質はホール輸送性あるいは電子輸送性のいずれかあるいは両方の機能を有している材料をそれぞれの層に用い、発光性の無い単なるホール輸送物質あるいは電子輸送物質と組み合わせて用いる場合に有用である。また、この場合、発光層3はホール輸送層5および電子輸送層6からなる。

【0079】図3は本発明の発光素子の更に他の例を示す断面図である。図3は基板1上に陽極2、ホール輸送層5、発光層3、電子輸送層6及び陰極4を順次設けた構成のものである。これはキャリア輸送と発光の機能を分離したものであり、ホール輸送性、電子輸送性、発光性の各特性を有した化合物と適時組み合わせて用いられ極めて材料の選択の自由度が増すとともに、発光波長を異にする種々の化合物が使用出来る為、発光色相の多様化が可能となる。また更に中央の発光層にホールと電子（あるいは励起子）を有効に閉じ込めて発光効率の向上を図る事も可能になる。図4に示したものは、陽極と陰極の間にホール注入輸送層7、ホール輸送層5、電子輸送層6を配して構成した例である。

【0080】本発明に用いられる上述の一般式(1)で示される化合物は、従来の化合物に比べいずれも極めて

発光特性の優れた化合物であり、必要に応じて図1～図4のいずれの形態の電界発光素子でも使用する事が可能である。

【0081】また、本発明に用いられる一般式(1)で示される化合物は、構造によりホール輸送性あるいは電子輸送性のいずれかあるいは両方の性能を有し、図1～図4のいずれの形態の場合でも、一般式(1)で示される化合物のみを単独でまたは2種類以上使用してよく、また、一般式(1)の化合物の層と、これとは異なる化合物の層とを併用して使用してもかまわない。

【0082】本発明においては、発光層構成成分あるいは電荷輸送層構成成分として前記一般式(1)で示される化合物を用いるものであるが、必要に応じて電子写真感光体分野等で研究されているホール輸送性化合物やこれ迄知られているホール輸送性発光体化合物（例えば表1～5に示される化合物等）あるいは電子輸送性化合物やこれ迄知られている電子輸送性発光体化合物（例えば表6～9に挙げられる化合物）を一緒に使用する事も出来る。

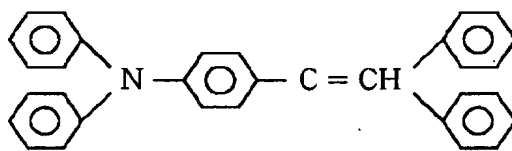
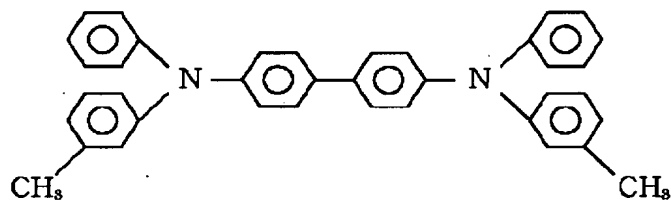
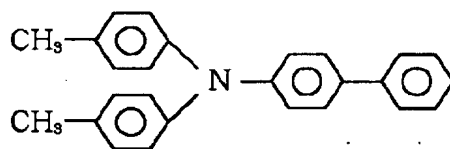
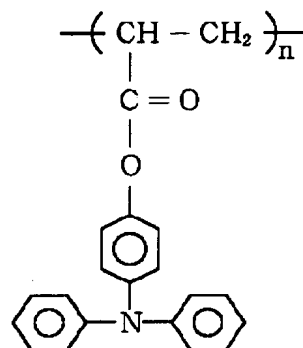
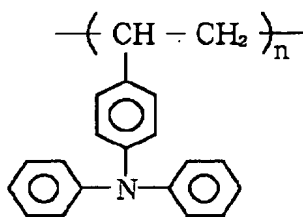
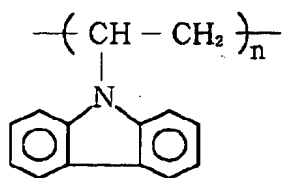
【0083】また、表10には、ドーパント色素の例を示すが、この色素は微量を発光層にドーブすることにより、発光効率を大幅に向上させたり、発光色を変化させることが可能なものとして用いられる。

【0084】

【表1】

## ホール輸送性化合物

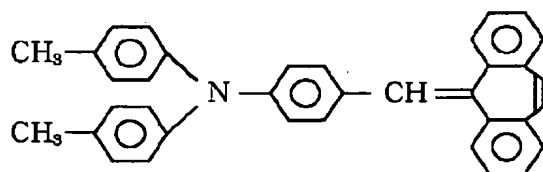
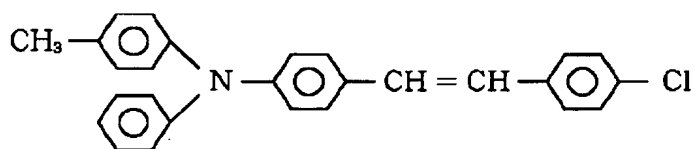
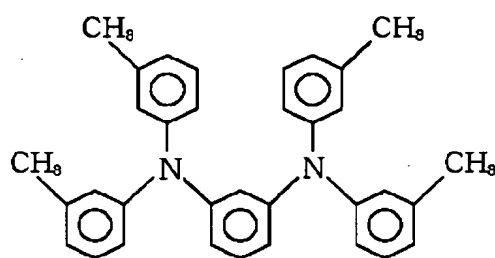
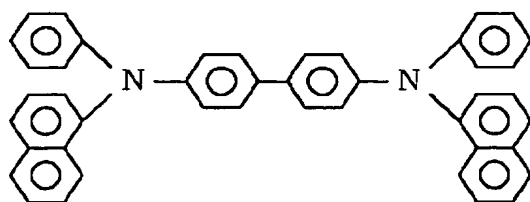
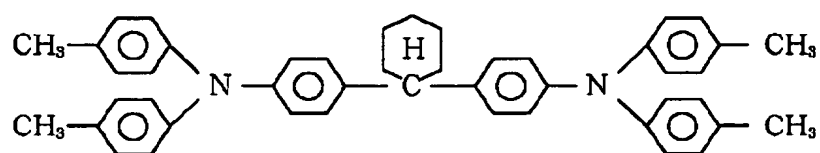
## ホール輸送体



【0085】

【表2】

ホール輸送性化合物



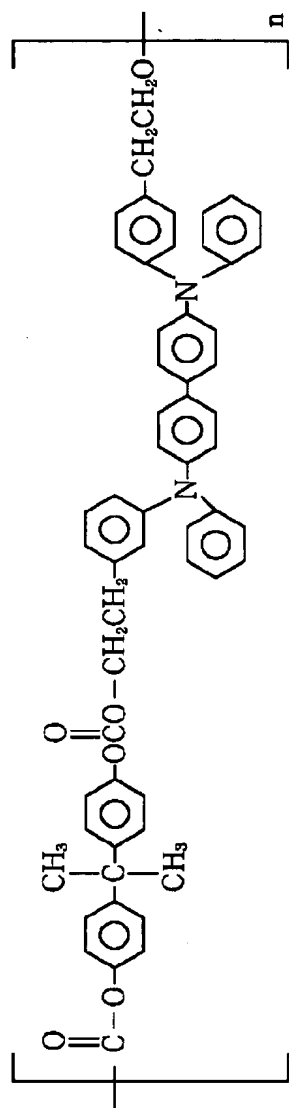
【0086】

【表3】

69  
ホール輸送性化合物

【 0 0 8 7 】

【 表 4 】

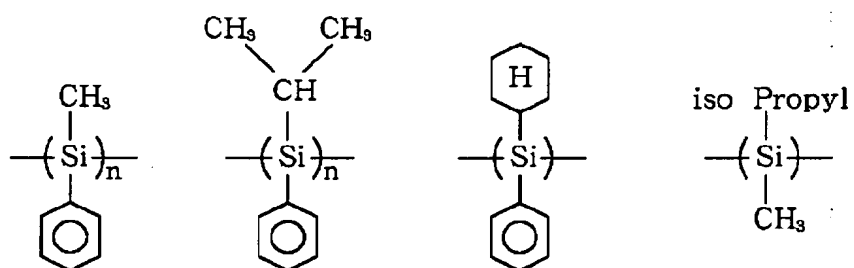
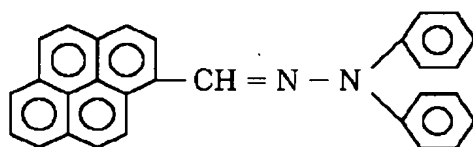
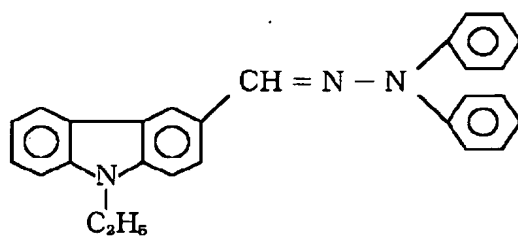
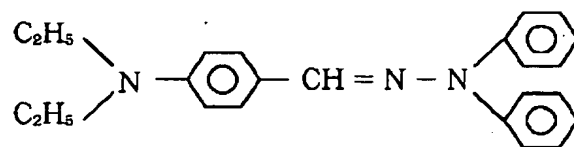


10

20

30

## ホール輸送性化合物



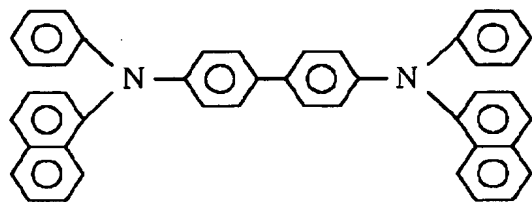
【0088】

【表5】

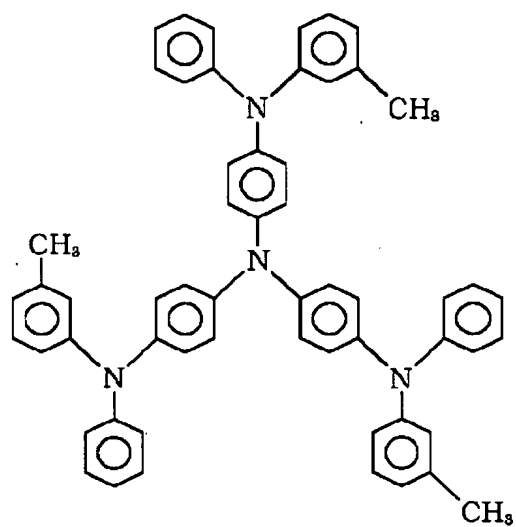
73  
ホール輸送性化合物

【0089】

【表6】



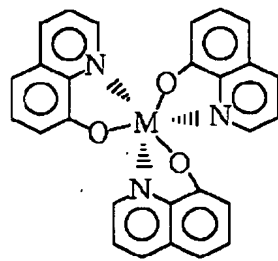
10



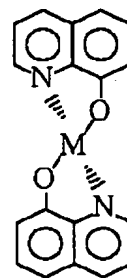
20



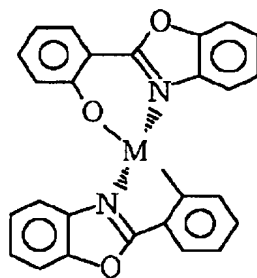
## 電子輸送性化合物



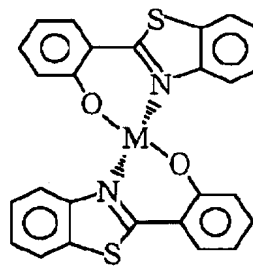
M : Al, Ga



M : Zn, Mg, Be



M : Zn, Mg, Be

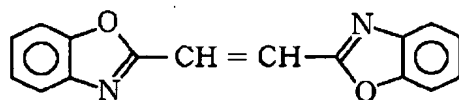
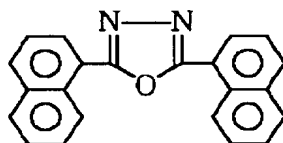
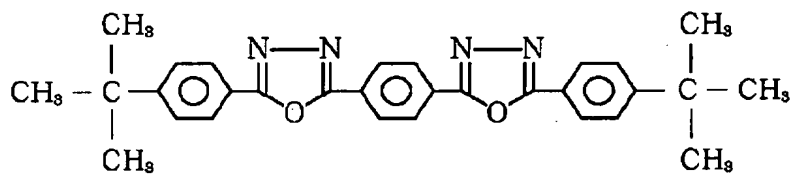
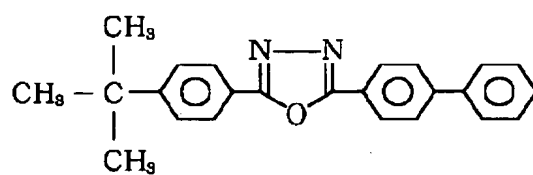


M : Zn, Mg, Be

【0090】

【表 7】

## 電子輸送性化合物

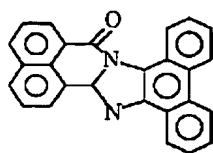


【0091】

【表8】

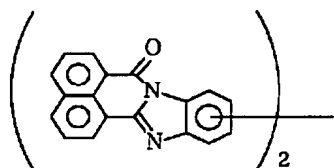
79

電子輸送性化合物

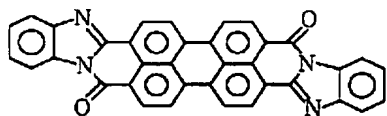


【 0 0 9 2 】

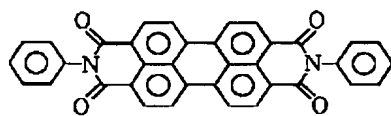
【 表 9 】



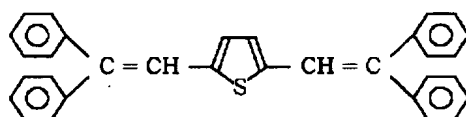
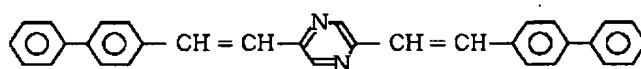
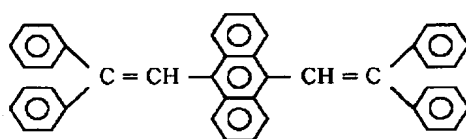
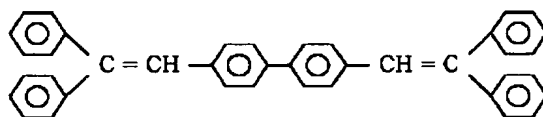
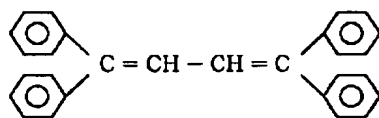
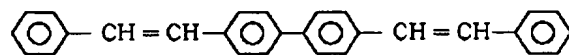
10



20

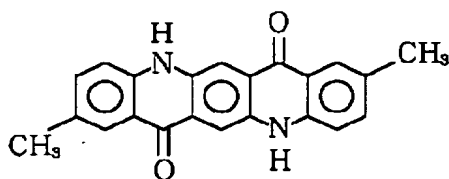
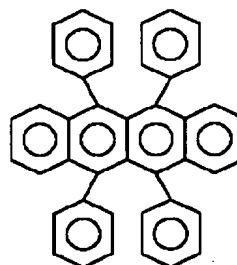
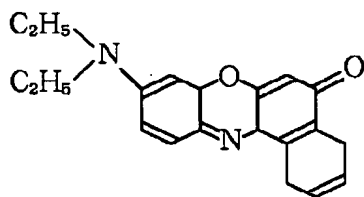
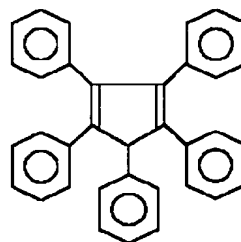
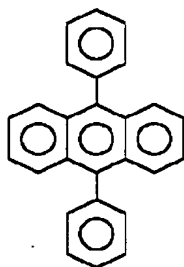
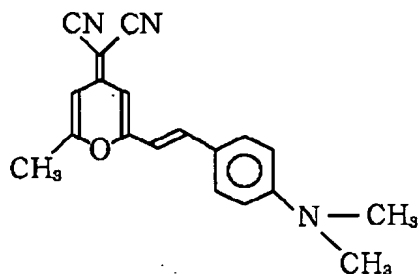
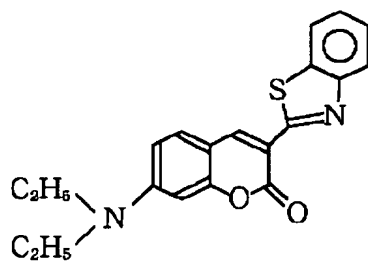


## 電子輸送性化合物



【0093】

【表10】



【0094】本発明の電界発光素子において、一般式(1)で示される化合物を含有する層およびその他の有機化合物からなる層は、一般には真空蒸着あるいは適当な結着性樹脂と組み合わせて薄膜を形成する。

【0095】上記結着剤としては広範囲な結着性樹脂より選択でき、例えばポリビニルカルバゾール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアリレート樹脂、ブチラル樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、ジアリルフタレート樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、ポリスルホン樹脂、尿素樹脂等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。これらは単独または共重合体ポリマーとして1種または2種以上混合して用いても良い。

【0096】陽極材料としては仕事関数になるべく大きなものが良く、例えば、ニッケル、金、白金、パラジウム、セレン、レニウム、イリジウムやこれらの合金、あるいは酸化錫、酸化錫インジウム(ITO)、ヨウ化銅が好ましい。またポリ(3-メチルチオフェン)、ポリフェニレンスルフィドあるいはポリピロール等の導電性ポリマーも使用出来る。

【0097】一方、陰極材料としては仕事関数が小さな銀、鉛、錫、マグネシウム、アルミニウム、カルシウム、マンガン、インジウム、クロムあるいはこれらの合金が用いられる。

【0098】また、陽極及び陰極として用いる材料のうち少なくとも一方は、素子の発光波長領域において50%より多くの光を透過する事が好ましい。また、本発明

で用いる透明性基板としては、ガラス、プラスチックフィルム等が用いられる。

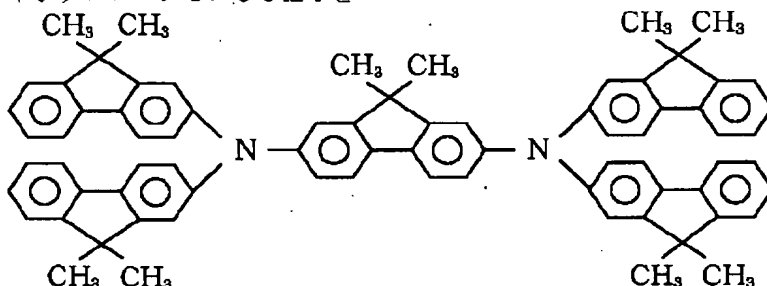
# 【0099】

【実施例】以下、具体的な実施例を挙げるが本発明は、これら実施例に何ら限定されるものではない。

## 【0100】実施例1

N, N, N', N' テトラ [2-(9, 9'-ジメチルフルオレニル)]-2, 7-ジアミノ-9, 9-ジメチルフルオレンの合成 (例示化合物No. 48)

100ml ナスフラスコに2, 7-ジアミノ-9, 9-ジメチルフルオレン2.24g、2-ヨード-9, 9-ジメチルフルオレン19.21g、炭酸カリウム7.5g、銅粉6.0g、オルトジクロロベンゼン50mlを



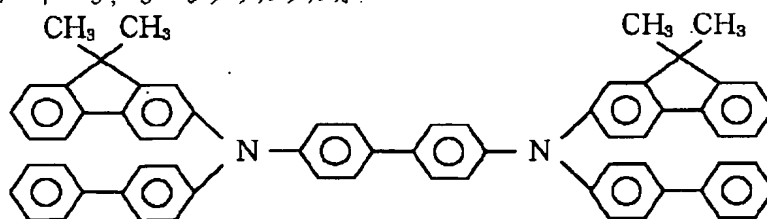
【0103】パーキン・エルマー社製の示差走査熱量計 (Differential Scanning Calorimeter) を用いて、得られた化合物の融点 (Tm) 及びガラス転移点 (Tg) を測定した。この結果、Tm: 309.0~310.5℃、Tg: 186℃であった。

【0104】また、日本分光社製のFT-IR測定装置を用いてIR測定を行った。得られたIRチャートを図5に示す。

## 【0105】実施例2

N, N'-ジ(4-ビフェニル)-N, N'-ジ[2-(9, 9'-ジメチルフルオレニル)]-4, 4'-ジアミノビフェニルの合成 (例示化合物No. 7)

100ml ナスフラスコにN, N'-ジフェニルベンジン4.88g、2-ヨード-9, 9-ジメチルフルオ



【0108】実施例1と同様に融点 (Tm) 及びガラス転移点 (Tg) を測定したところ、Tm: 267.0~268.5℃、Tg: 120.5℃であった。また、実施例1と同様にIR測定を行った。IRチャートを図6に示す。

## 【0109】実施例3

ここでは、実際に発光素子を作製し、輝度の測定を行なった。ガラス基板上に酸化スズ-インジウム (ITO)

仕込み冷却管を付けて、32時間還流撹拌を続けた。反応液を冷却後濾過して、減圧下でオルトジクロロベンゼンを濃縮除去した後、トルエンを加えて粗製結晶を析出させて濾取した。

【0101】得られた粗製結晶をシリカゲルカラムを用いてトルエン/ヘキサン混合溶媒で精製することにより、下記構造式で示されるN, N, N', N' テトラ [2-(9, 9'-ジメチルフルオレニル)]-2, 7-ジアミノ-9, 9-ジメチルフルオレンの淡黄色微細結晶5.41g (収率54.6%) が得られた。

## 【0102】

### 【化38】

レン6.40g、炭酸カリウム4.00g、銅粉3.0g、オルトジクロロベンゼン30mlを仕込み、冷却管をつけて、20時間還流撹拌を続けた。反応液を冷却後、濾過し、減圧下でオルトジクロロベンゼンを濃縮除去した後、メタノールを加えて粗製結晶を析出させて濾取した。

【0106】得られた粗製結晶をシリカゲルカラムを用いてトルエン/ヘキサン混合溶媒で精製することにより、下記構造式で示されるN, N'-ジ(4-ビフェニル)-N, N'-ジ[2-(9, 9'-ジメチルフルオレニル)]-4, 4'-ジアミノビフェニルの淡黄色微細結晶5.50g (収率63.0%) が得られた。

## 【0107】

### 【化39】

をスパッタ法にて100nmの膜厚で成膜したものを透明支持基板として用いた。この透明支持基板を洗浄後、前記例示化合物No. 13を65nmの膜厚で成膜し、その上にアルミキノリノールを65nmの膜厚で成膜した後、さらにMg:Agの原子比が10:1の金属電極を真空蒸着で形成することにより有機EL素子を作成した。なお蒸着時の真空度は $3\sim4\times10^{-6}$  torr、成膜速度は有機層については0.2~0.3nm/s

c、金属電極については $2.0 \text{ nm/sec}$ とした。

【0110】このようにして得られた素子に、ITO電極を陽極、Mg/Ag電極を陰極として直流電流を印加すると、11Vの印加電圧において $37 \text{ mA/cm}^2$ の電流密度で電流が素子に流れ、 $2,130 \text{ cd/m}^2$ の輝度で緑色の発光が観測された。また、窒素雰囲気下で電流密度を $4.7 \text{ mA/cm}^2$ に保ち100時間電圧を印加した場合、初期輝度 $180 \text{ cd/m}^2$ から100時間後 $155 \text{ cd/m}^2$ となり輝度の劣化は非常にすくな

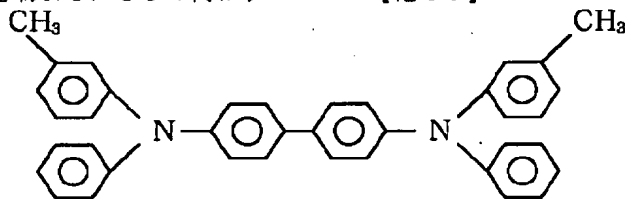
表 11

実施例	例示化合物 No.	初期		100時間後	
		印加電圧 (V)	輝度 ( $\text{cd/m}^2$ )	印加電圧 (V)	輝度 ( $\text{cd/m}^2$ )
4	8	7.5	180	7.9	160
5	38	9.1	200	10.4	175
6	48	6.3	210	7.3	200
7	51	6.2	215	7.0	210
8	52	8.4	190	9.5	140

【0114】表11より、いずれの発光素子も輝度が高く、輝度の劣化が非常に少ないことが理解される。

【0115】比較例1

上記実施例3で用いた例示化合物No. 13の代わり



TPD

【0117】このようにして得られた素子に、ITO電極を陽極、Mg/Ag電極を陰極として直流電流を印加すると、15Vの印加電圧において $15 \text{ mA/cm}^2$ の電流密度で電流が素子に流れ、 $35 \text{ cd/m}^2$ の輝度で緑色の発光が観測された。また、窒素雰囲気下で電流密度を $27 \text{ mA/cm}^2$ に保ち100時間電圧を印加した場合、初期輝度 $100 \text{ cd/m}^2$ から100時間後 $8 \text{ cd/m}^2$ となった。

【0118】実施例3～8および比較例1から明らかなように、本発明の有機化合物を用いた発光素子は、比較化合物を用いた発光素子に比べて輝度および寿命において極めて優れていることがわかる。

【0119】実施例9

かった。

【0111】実施例4～8

上記実施例3でもちいた例示化合物No. 13の代わりに前記例示化合物No. 8、38、48、51、52を用いた他は実施例3と同様に素子を作成した。

【0112】素子の性能について測定した結果を以下の表11に示す。

【0113】

【表11】

に、下記構造式の化合物を用いた他は実施例3と同様に素子を作成した。

【0116】

【化40】

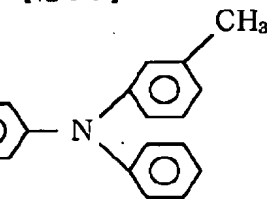
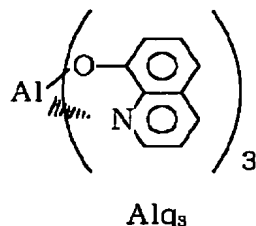
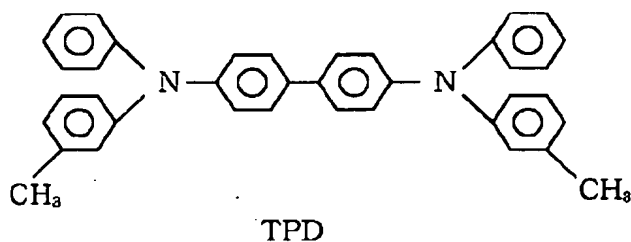


図4に示す構成の発光素子を作成した。ガラス基板1上に酸化スズ-インジウム（ITO）（陽極2）をスパッタ法にて100nmの膜厚で成膜したものを透明支持基板として用いた。この透明支持基板を洗浄後、前記例示化合物No. 53を20nmの膜厚で成膜し（ホール注入輸送層7）、その上に下記に示されるホール輸送化合物（TPD）を50nmの膜厚で成膜しホール輸送層5とした。次いで下記に示される電子輸送化合物（Alq3）を65nmの膜厚で成膜して電子輸送層6とした後、その上にアルミニウムからなる金属電極（陰極4）を150nmの膜厚で形成して素子を作成した。

【0120】

【化41】



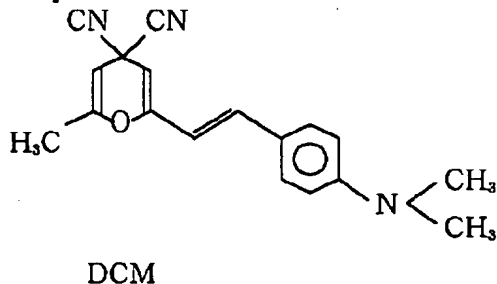
【0121】このようにして得られた素子に、ITO電極を陽極、Al電極を陰極として直流電流を印加すると、1.5Vの印加電圧において230mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が素子に流れ、23,000cd/m<sup>2</sup>の輝度で緑色の発光が観測された。また、窒素雰囲気下で電流密度を4.3mA/cm<sup>2</sup>に保ち100時間電圧を印加した場合、初期輝度200cd/m<sup>2</sup>から100時間後185cd/m<sup>2</sup>となり輝度の劣化は非常にすくなかった。

#### 【0122】実施例10

ガラス基板上に酸化スズ-インジウム(ITO)をスパッタ法にて100nmの膜厚で成膜したものを透明支持基板として用いた。この透明支持基板を洗浄後、前記例示化合物No. 46を60nmの膜厚で成膜し、その上に、下記の構造式で示される蛍光性色素(DCM)を10nmの膜厚で成膜した後、さらに電子輸送化合物(Alq<sub>3</sub>)を65nmの膜厚で成膜した。次いで、その上にアルミニウムからなる金属電極を150nmの膜厚で形成して、図3に示す構造の素子を作成した。

#### 【0123】

#### 【化42】



【0124】このようにして得られた素子に、ITO電極を陽極、Al電極を陰極として直流電流を印加する

と、1.7Vの印加電圧において150mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が素子に流れ、3,170cd/m<sup>2</sup>の輝度で橙色の発光が観測された。

【0125】また、窒素雰囲気下で電流密度を5.1mA/cm<sup>2</sup>に保ち100時間電圧を印加した場合、初期輝度100cd/m<sup>2</sup>から100時間後85cd/m<sup>2</sup>となり輝度の劣化は非常にすくなかった。

#### 【0126】実施例11

ガラス基板上に酸化スズ-インジウム(ITO)をスパッタ法にて100nmの膜厚で成膜したものを透明支持基板として用いた。この透明支持基板を洗浄後、前記例示化合物No. 17を0.10g、下記構造式のオキサジアゾール化合物(OXD-7)0.10g、ポリカーボネート樹脂(重量平均分子量35,000)0.30gをテトラヒドロフラン25mlに溶解した塗工液を調整し、この塗工液を基板上にディップコート法により塗布して120nmの膜厚で成膜した。その上にMg/Inからなる金属電極を150nmの膜厚で形成して、図1に示す構造の素子を作成した。

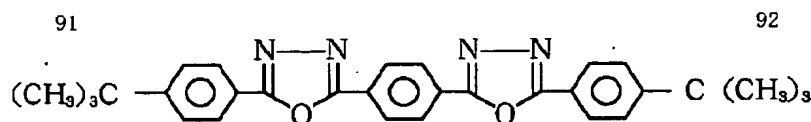
【0127】このようにして得られた素子に、ITO電極を陽極、Mg/In電極を陰極として直流電流を印加すると、1.2Vの印加電圧において25mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が素子に流れ、250cd/m<sup>2</sup>の輝度で青緑色の発光が観測された。

【0128】また、窒素雰囲気下で電流密度を10mA/cm<sup>2</sup>に保ち100時間電圧を印加した場合、初期輝度130cd/m<sup>2</sup>から100時間後95cd/m<sup>2</sup>となり輝度の劣化は非常にすくなかった。

#### 【0129】

#### 【化43】





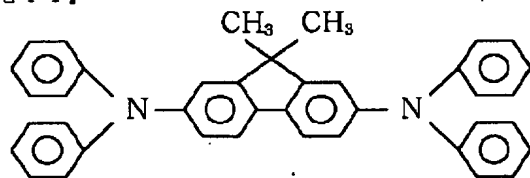
## OXD-7

## 【0130】比較例2

上記実施例3で用いた例示化合物No. 13の代わりに、下記構造式の化合物を用いた他は実施例3と同様に素子を作成した。

## 【0131】

## 【化44】



【0132】このようにして得られた素子に、ITO電極を陽極、Mg/Ag電極を陰極として直流電流を印加すると、15Vの印加電圧において20mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が素子に流れ、41cd/m<sup>2</sup>の輝度で緑色の発光が観測された。また、窒素雰囲気下で電流密度を15mA/cm<sup>2</sup>に保ち100時間電圧を印加した場合、初期輝度30cd/m<sup>2</sup>から100時間後1cd/m<sup>2</sup>となった。

## 【0133】

【発明の効果】以上説明した様に、本発明によれば、高輝度の光出力に寄与すると共に高耐久性に寄与する新規

な有機化合物材料を得ることができる。また、本発明は、発光波長に多様性があり、種々の発光色相を呈するとともに極めて耐久性のある発光素子を得ることができる。また、本発明の発光素子によれば、高輝度の光出力が可能となる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の発光素子の一例を示す断面図である。

【図2】本発明の発光素子の一例を示す断面図である。

【図3】本発明の発光素子の一例を示す断面図である。

【図4】本発明の発光素子の一例を示す断面図である。

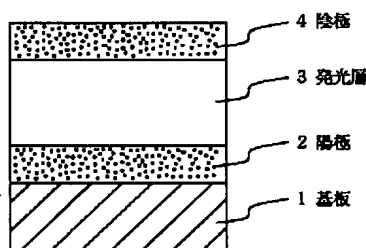
【図5】実施例1で合成した例示化合物No. 48のIRチャート図である。

【図6】実施例2で合成した例示化合物No. 7のIRチャート図である。

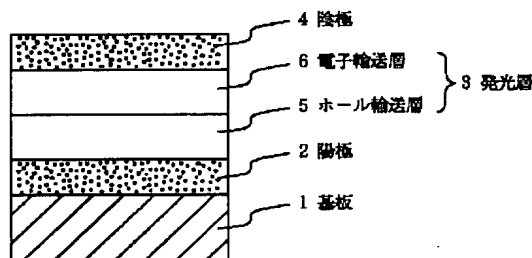
## 【符号の説明】

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 発光層
- 4 陰極
- 5 ホール輸送層
- 6 電子輸送層
- 7 ホール注入輸送層

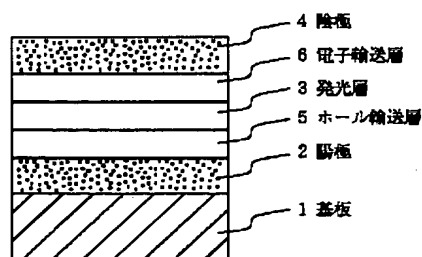
【図1】



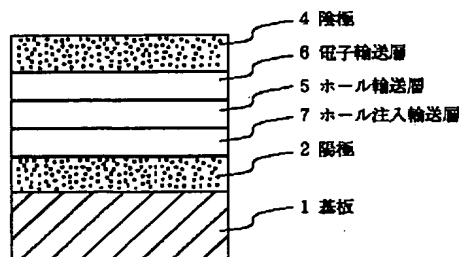
【図2】



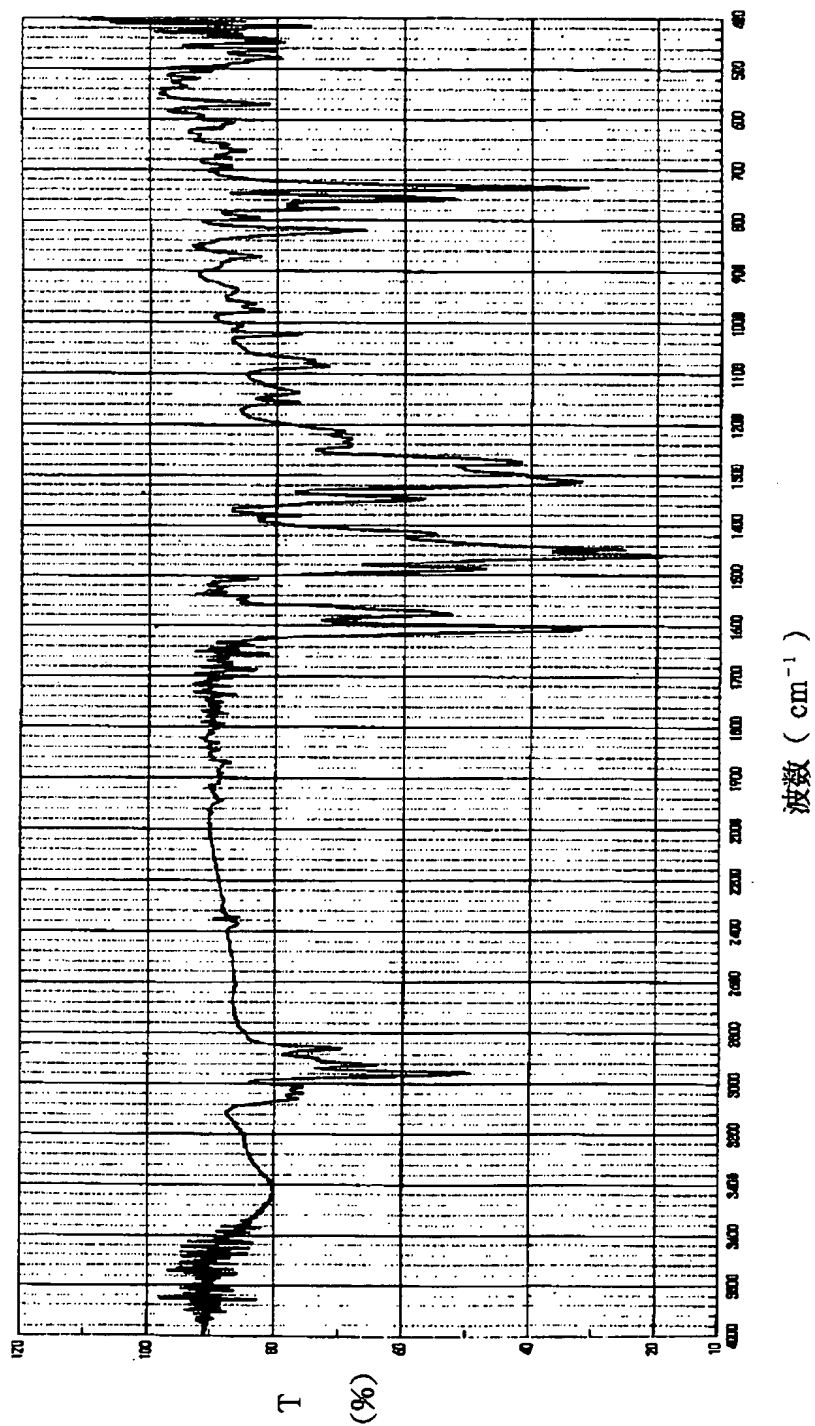
【図3】



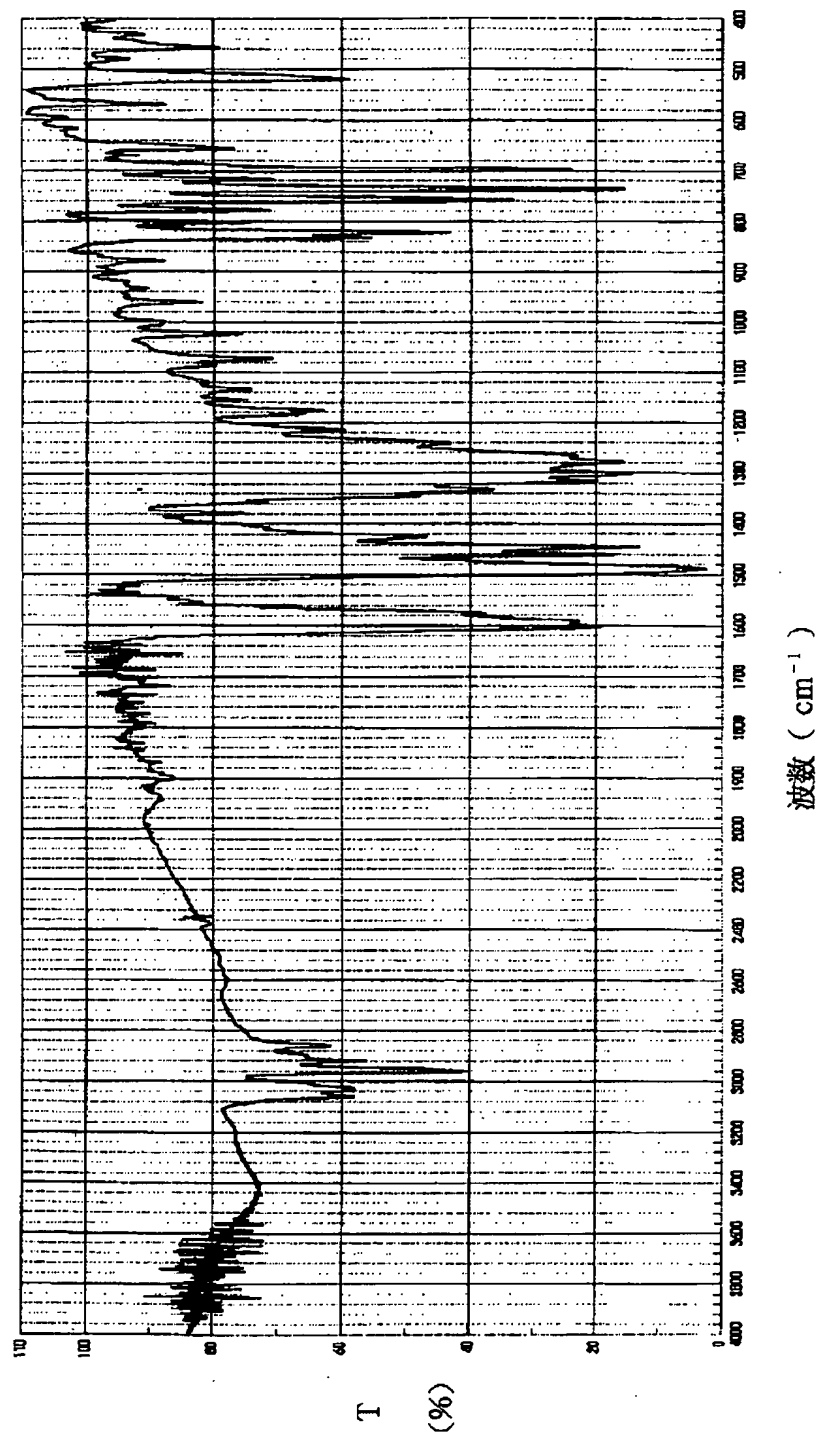
【図4】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	F I	
C O 7 D 271/10		C O 7 D 271/10	
307/91		307/91	
333/76		333/76	
C O 9 K 11/06	6 2 0	C O 9 K 11/06	6 2 0
	6 3 0		6 3 0
H O 5 B 33/14		H O 5 B 33/14	B
33/22		33/22	D
			B

(72) 発明者 真下 精二  
東京都大田区下丸子 3 丁目 30 番 2 号 キヤ  
ノン株式会社内